

SÉRIE A, N° 2.458

N° D'ORDRE :
3.330

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE : **de DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Michel BATISSE

1^{re} **THÈSE.** — { Etude sur la recristallisation
et la restauration de l'aluminium.

2^e **THÈSE.** — Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 18 Janvier 1951 devant la Commission d'examen

MM. CHAUDRON, *Président.*
CHRÉTIEN }
GUIGNIER } *Examineurs.*
LACOMBE }

1953

BATISSE (Michel). — Etude sur la recristallisation et la restauration de l'aluminium. — *Paris*, Ets Busson, impr. 1953. In-4°, 44 pages, fig.

Th. Sc. Phys. Paris, 1953. Sér. A 2.458. N° 3.330

BATISSE (Michel). — Etude sur la recristallisation et la restauration de l'aluminium. — *Paris*, Ets Busson, impr. 1953. In-4°, 44 pages, fig.

Th. Sc. Phys. Paris, 1953. Sér. A 2.458. N° 3.330

BATISSE (Michel). — Etude sur la recristallisation et la restauration de l'aluminium. — *Paris*, Ets Busson, impr. 1953. In-4°, 44 pages, fig.

Th. Sc. Phys. Paris, 1953. Sér. A 2.458. N° 3.330

BATISSE (Michel). — Etude sur la recristallisation et la restauration de l'aluminium. — *Paris*, Ets Busson, impr. 1953. In-4°, 44 pages, fig.

Th. Sc. Phys. Paris, 1953. Sér. A 2.458. N° 3.330

BATISSE (Michel). — Etude
sur la recristallisation et la restau-
ration de l'aluminium. — Paris,
Ets Bussan, impr. 1953. In-4°.
44 pages, fig.
Tb. 25. Prix. Paris, 1953. 56r. A. 2.428. No 3.330

BATISSE (Michel). — Etude
sur la recristallisation et la restau-
ration de l'aluminium. — Paris,
Ets Bussan, impr. 1953. In-4°.
44 pages, fig.
Tb. 25. Prix. Paris, 1953. 56r. A. 2.428. No 3.330

BATISSE (Michel). — Etude
sur la recristallisation et la restau-
ration de l'aluminium. — Paris,
Ets Bussan, impr. 1953. In-4°.
44 pages, fig.
Tb. 25. Prix. Paris, 1953. 56r. A. 2.428. No 3.330

BATISSE (Michel). — Etude
sur la recristallisation et la restau-
ration de l'aluminium. — Paris,
Ets Bussan, impr. 1953. In-4°.
44 pages, fig.
Tb. 25. Prix. Paris, 1953. 56r. A. 2.428. No 3.330

SÉRIE A, N° 2.458

N° D'ORDRE :
3.330

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE : de **DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Michel BATISSE

1^{re} THÈSE. — { Etude sur la recristallisation
et la restauration de l'aluminium.

2^e THÈSE. — Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 18 Janvier 1951 devant la Commission d'examen

MM. CHAUDRON, *Président.*
CHRETIEN }
GUIGNIER } *Examineurs.*
LACOMBE }

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen M. A. CHATELET

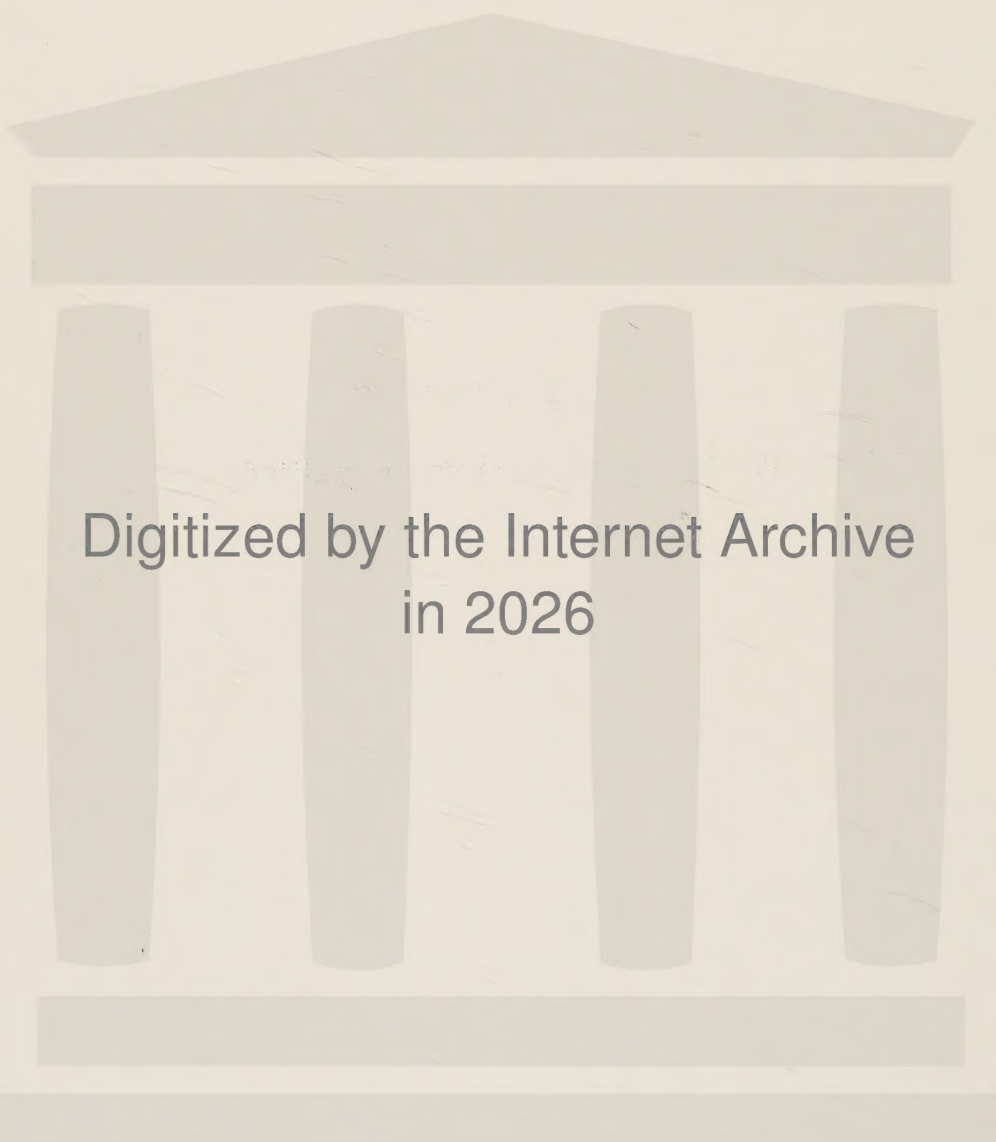
PROFESSEURS

G. Julia	T	Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	Coulomb	T	Physique du Globe.
A. Denjoy	T	Théorie des Fonctions.	M ^{lle} Cousin	T	Biologie animale (P.C.B.).
L. Lutaud	T	Géographie physique et Géologie dynamique.	Chrétien		Chimie minérale.
E. Darmois	T	Enseignement de Physique.	P. Drach		Zoologie.
Robert Lévy	T	Physiologie comparée.	Kastler		Physique.
H. Villat	T	Mécanique des fluides et applications.	Chatelet	T	Arithmétique et théorie des nombres.
M ^{me} Ramart-Lucas.	T	Chimie organique.	Ephrussi	T	Génétique.
Foch	T	Mécanique physique et expérimentale.	Wurmser	T	Biologie physico-chimique.
Pauthenier	T	Electrotechnique générale.	Bauer	T	Chimie-Physique.
De Broglie	T	Théories physiques.	Rivière		Géologie (P.C.B.).
Job	T	Chimie générale.	Gautheret		Biologie végétale (P.C.B.).
Prenant	T	Anatomie et Histologie comparées.	Lucas		Physique.
Combes	T	Physiologie végétale.	A. Thomas		Evolution des êtres organisés.
Garnier	T	Géométrie supérieure.	Arnulf		Optique appliquée.
Pérès	T	Mécanique rationnelle et applications.	Max Morand		Physique.
Hachspill	T	Chimie générale.	Soleillet		Physique.
Laugier	T	Physiologie générale.	Fortier	T	Mécanique expérimentale des fluides.
Toussaint	T	Technique Aéronautique.	Danjon	T	Astronomie.
M. Curie	T	Physique (P.C.B.).	Fromageot	T	Chimie Biologique.
G. Ribaud	T	Hautes températures.	Laporte	T	Physique générale et Radioactivité.
Chazy	T	Mécanique analytique et Mécanique céleste.	Janet		Mathématiques générales.
Croze	T	Physique théorique et physique céleste.	Petit	T	Biologie maritime.
Dupont	T	Théories chimiques.	Queney	T	Météorologie et dynamique atmosphérique.
Valiron	T	Calcul différentiel et Calcul intégral.	Gallien		Biologie animale (P.C.B.).
Barrabé	T	Géologie structurale et géologie appliquée.	Eichhorn		Biologie végétale (P.C.B.).
Vavon	T	Analyse et mesures chimiques.	De Cugnac		Biologie végétale (P.C.B.).
G. Darmois	T	Calcul des probabilités et Physique mathématique.	M ^{lle} Cauchois		Chimie-Physique.
Jacques Bourcart	T	Géographie physique et Géologie dynamique.	Thellier		Physique du Globe.
Aubel	T	Chimie biologique.	Audubert		Electrochimie.
M ^{me} Joliot-Curie	T	Physique générale et Radioactivité.	L'Héritier		Génétique.
Plantefol	T	Botanique.	Grivet	T	Radio-Electricité.
Cabannes	T	Recherches physiques.	Poncin		Mécanique des fluides.
Grassé	T	Evolution des êtres organisés.	Thiry	T	Mécanique appliquée.
Prévost	T	Chimie organique.	Dubreil		Mathématiques générales.
Bouligand	T	Application de l'analyse à la Géométrie.	Quelet		Chimie (P.C.B.).
Chaudron	T	Chimie appliquée.	Cagniard		Géophysique appliquée.
Wyart	T	Minéralogie.	Champetier		Chimie appliquée.
Teissier	T	Zoologie.	Cuvillier		Géologie structurale et Géologie appliquée.
Mangenot	T	Biologie végétale.	Jung		Pétrographie.
P. Auger	T	Physique quantique et relativité.	Trillat		Physique (P.C.B.).
Monnier	T	Physiologie générale.	Wiemann		Chimie (P.C.B.).
Piveteau	T	Géologie.	Lichnerowicz		Mathématiques générales.
Rocard	T	Physique.	Jacquinet		Physique (P.C.B.).
H. Cartan	T	Mathématiques (E. N. Supérieure).	Vassy		Physique de l'atmosphère.
Schaeffer	T	Physiologie des fonctions.	Destouches		Théories physiques.
Laffitte	T	Chimie générale.	M. Pruvost	T	Géologie.
Favard	T	Mécanique générale.	Amiel		Chimie (P.C.B.).
			Hocart		Minéralogie.
			Choquet		Calcul différentiel.
			Feldmann		Biologie (P.C.B.).
			Guinier		Physique (P.C.B.).
			Jost		Biologie (P.C.B.).

Secrétaire CH. MONIER



A MES PARENTS,
en témoignage de profonde gratitude



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550412_0032

Ces recherches ont été effectuées, grâce à une subvention du C.N.R.S., dans les Laboratoires de l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures.

Nous tenons à exprimer au Professeur Albert Portevin, Directeur de la Recherche à l'Ecole Centrale, toute notre reconnaissance.

Nous remercions profondément M. Pierre Laurent, chargé de Recherches du C.N.R.S., qui a dirigé ces études en nous prodiguant sans cesse les conseils les plus judicieux et qui nous a constamment éclairé par d'utiles discussions.

Nous n'oublions pas l'aide amicale qui nous a été donnée par tous nos camarades du Laboratoire.

Les diagrammes de rayons X ont été effectués au Conservatoire National des Arts et Métiers, grâce à l'obligeance du Professeur André Guinier que nous remercions très vivement.

Étude sur la recristallisation et la restauration de l'aluminium

par Michel BATISSE

I

INTRODUCTION

Au cours des diverses déformations à froid que l'on fait subir à un métal, ses propriétés mécaniques et physiques se modifient; en particulier, il durcit et perd peu à peu sa capacité de supporter de plus amples déformations. Les différents grains ou cristaux plus ou moins parfaits qui le constituent se déforment sous l'action des forces extérieures et des interactions cristallines : des contraintes internes, des glissements et des distorsions y prennent naissance. Le métal est devenu « écroui ». Heureusement, l'opération de « recuit » permet de lui restituer des propriétés analogues à ses propriétés initiales.

Albert Portevin a distingué trois stades dans le recuit : la restauration, la recristallisation et le grossissement du grain. Ces trois stades semblent se chevaucher, du moins est-il difficile de les séparer expérimentalement; d'où une grande complexité pour l'étude de ce phénomène.

La *restauration* est un phénomène complexe et mal connu, qui affecte différemment les diverses propriétés du métal sans mouvement apparent des joints des grains écrouis, et il est préférable d'englober sous ce terme tous les phénomènes se produisant au cours du recuit avant la recristallisation et que nous tenterons de préciser plus loin.

La *recristallisation* est alors définie par l'apparition et le développement de nouveaux grains exempts de distorsion qui remplacent progressivement la matrice dé-

formée. Quand la recristallisation est terminée, les anciens grains ont entièrement disparu. Les propriétés du métal sont sensiblement régénérées.

Mais si le recuit se prolonge, certains grains parmi les nouveaux grossissent au détriment de leurs voisins. Les dimensions du grain moyen augmentent. C'est le phénomène de *grossissement banal du grain*, dernier stade du recuit. Cependant, dans certaines conditions, à plus haute température, il peut encore se produire un grossissement exagéré de certains grains, appelé « recristallisation secondaire ».

Malgré ces définitions, il est difficile de distinguer *physiquement* les trois stades. Le début de la recristallisation est caractérisé par l'apparition des nouveaux grains ou « germination »; mais ces germes ne sont décelés que lorsqu'ils ont atteint une certaine dimension, et il est possible que les déplacements d'atomes nécessaires à leur formation se produisent pendant la restauration ou même constituent le phénomène propre de restauration. D'autre part, la croissance des germes aux dépens de la matrice écrouie (recristallisation) est tout à fait voisine du grossissement de certains grains aux dépens de leurs voisins recristallisés (grossissement banal) : les deux phénomènes impliquent des déplacements d'atomes *a priori* de même nature.

L'étude des phénomènes de recuit peut se faire par des méthodes directes telles que l'examen micrographi-

que, qui révèle les nouveaux grains parmi les anciens et leur croissance, ou telles que l'examen aux rayons X, qui donne des indications précieuses sur les modifications des cristaux au cours de la restauration et l'existence de germes recristallisés dès qu'ils ont atteint des dimensions de l'ordre de 10^{-3} cm.

Cependant, la plupart des expériences quantitatives sur le recuit ont été faites en observant la variation des propriétés mécaniques ou physiques. L'inconvénient de ces méthodes indirectes est qu'à priori, elles ne distinguent pas les trois stades du recuit : la cause d'une variation de dureté par exemple peut-être aussi bien la restauration, la recristallisation ou le grossissement du grain. Elles doivent donc être complétées par l'emploi des méthodes directes, mais leurs avantages pratiques de simplicité sont évidents et elles intéressent de plus grands volumes de matière, fournissant ainsi des mesures statistiques que ne permettent guère les méthodes directes.

Le recuit dépend à la fois de la température et du temps de maintien à cette température. Souvent, on a observé la variation d'une propriété particulière (dureté, charge de rupture, limite élastique, pouvoir thermoélectrique, etc...), en fonction de la température à laquelle une éprouvette est portée pendant un temps donné constant. Pour des raisons de commodité, les mesures sont le plus souvent faites après refroidissement de l'éprouvette. Les courbes obtenues dans ces essais « *isochrones* » présentent l'aspect général de la figure 1. Pour les faibles températures, la dureté par exemple n'a pas ou a peu varié au cours du stade de restauration. Puis aux températures plus élevées, la dureté diminue rapidement lors de la recristallisation. Enfin, elle reste constante ou diminue légèrement pendant le grossissement du grain. La zone de chute rapide est appelée « température de recristallisation ». La courbe ne définit pas cette température avec précision. Si, d'autre part, on fait varier la durée de maintien en température, la courbe précédente se modifie. La « température de recristallisation » n'a donc aucune signification physique et le seul intérêt des essais isochrones est de correspondre à la pratique industrielle où les durées de recuit sont limitées.

Il est plus intéressant pour étudier la marche du recuit d'effectuer des essais « *isothermes* » où les échantillons écrouis sont portés à une température constante pendant des temps variables. Les courbes obtenues ont l'aspect de la figure 2. Pour des raisons à la fois pratiques et théoriques, on adopte en général une échelle logarithmique pour les temps. Au début, la dureté par exemple se modifie peu ou pas. C'est la phase de restauration. Il n'y a pas eu de modifications apparentes du métal et on appelle souvent cette période la « *période d'incubation* ». Puis la dureté diminue en fonction du temps pendant la recristallisation pour se stabiliser ou diminuer légèrement au cours du grossissement du grain. Les courbes isothermes permettent donc de suivre la cinétique du phénomène et, si la liaison est établie entre la propriété étudiée et la quantité recristallisée, elles sont de véritables courbes de transformation.

De très nombreuses études ont été entreprises pour

découvrir des lois du recuit et l'on peut dire que le phénomène est aujourd'hui assez bien connu dans la pratique en fonction des paramètres les plus importants qui le déterminent : degré d'écrouissage, grosseur de grain initial, durée de recuit, température de recuit. Des études récentes ont montré l'importance de certains autres paramètres considérés à tort comme secondaires (pureté chimique du métal, température d'écrouissage, vitesse de chauffage, etc.). Mais aucune théorie physique n'a jusqu'ici été fournie qui puisse tenir compte de tous les faits expérimentaux, malgré les importantes synthèses qui ont été tentées, en premier lieu par Burgers (1). Il n'est donc pas étonnant que les différents auteurs qui ont recherché une expression mathématique de la cinétique du recuit aient abouti à des conclusions nettement divergentes.

Les principales cinétiques qui ont été proposées sont celles de Krupkowski et Balicki, de Cook et Richards, de Johnson et Mehl et d'Avrami. Ces cinétiques expriment le pourcentage x de métal *non recristallisé* en fonction du temps t de maintien à température constante. Elles n'envisagent pas le grossissement du grain qui suit la recristallisation. Par ailleurs, elles ne tiennent compte de la restauration que dans la mesure où elle peut influer sur la recristallisation. Ce sont donc essentiellement des cinétiques de la recristallisation, phénomène majeur du recuit.

a) *Krupkowski et Balicki* (2) ont montré qu'au cours de la transformation on avait juxtaposition de deux phases seulement : métal écroui et métal recristallisé. Ils ont admis qu'à chaque instant la quantité de métal qui se transforme est proportionnelle à la quantité x de métal écroui, non transformé. C'est la loi classique des réactions chimiques du premier ordre; à chaque instant :

$$\frac{dx}{dt} = -K_1 x$$

c'est-à-dire :

$$x = e^{-K_1 t} \quad (1)$$

La constante K est de la forme $c e^{-\frac{Q}{RT}}$ où T est la température absolue de recristallisation, R la constante des gaz parfaits, c une constante et Q l'énergie d'activation.

b) *Cook et Richards* (3) envisagent un mécanisme moins simple. Ils considèrent que la restauration est un stade nécessaire et que c'est dans la partie de métal restauré que se produit la recristallisation.

Si ω est la fraction de métal non restauré à l'instant t , ces auteurs admettent que la quantité de métal passant de l'état écroui à l'état restauré est à chaque instant proportionnelle à la quantité de métal écroui restant. Cette loi du premier ordre s'exprime :

$$\frac{d\omega}{dt} = -\beta \omega \quad (\beta = C^{10})$$

c'est-à-dire :

$$\omega = e^{-\beta t}$$

La fraction de métal restauré est alors :

$$1 - \omega = 1 - e^{-\beta t}$$

et Cook et Richards supposent que :

$$1 - \omega \sim \beta t$$

Ils admettent alors que la quantité de métal passant à chaque instant de l'état restauré à l'état recristallisé est proportionnelle à la quantité de métal restauré et non recristallisé :

$$\frac{dx}{dt} = -\alpha (1 - \omega) x$$

D'où, en remplaçant $\alpha\beta$ par K_2 et $1 - \omega$ par βt

$$x = e^{-K_2 t^2} \quad (2)$$

La constante K_2 est ici encore de la forme $c e^{-\frac{Q}{RT}}$. L'énergie d'activation Q est la somme des énergies d'activation de la restauration et de la recristallisation.

c) *Johnson et Mehl* (4) donnent une expression de la fraction non recristallisée qui est déduite du mécanisme même de la recristallisation : la germination et la croissance des nouveaux cristaux. En admettant que la vitesse de germination N (exprimée en nombre de germes apparaissant par unité de temps et de volume du métal non transformé) et la vitesse de grossissement radial des germes G (exprimés en unités de longueur par unité de temps) sont des constantes pendant toute la durée de la transformation, que la germination se fait au hasard dans le temps et dans l'espace sans tenir compte de la structure de la matrice et que les nouveaux grains forment des sphères parfaites jusqu'à ce qu'elles viennent en contact au cours de leur grossissement, ces auteurs ont trouvé :

$$x = e^{-\frac{\pi}{3} N G^3 t^4} \quad (3)$$

c'est-à-dire :

$$x = e^{-K_1 t^4}$$

Il convient de remarquer que la formule précédente est très générale et s'applique à toutes les transformations où l'on admet les hypothèses de départ. Des formules analogues ont d'ailleurs été établies par les procédés de calcul très élégants par Canac (5) et Evans (6) dans l'étude de la corrosion. Et en particulier, si l'on suppose que la germination se fait au hasard, non plus dans le temps et l'espace, mais seulement dans l'espace, à partir

de germes distribués au hasard et préexistant à l'instant zéro, on arrive à une formule :

$$x = e^{-K_2 t^3}$$

Johnson et Mehl ont par ailleurs cherché comment se modifiait leur formule quand la germination se fait non plus au hasard dans l'espace, mais aux joints des grains de la matrice écrouie.

Anderson et Mehl (7) ont montré que la constante K_2 , N et G étaient de la forme $c e^{-\frac{Q}{RT}}$.

Ces auteurs ont de plus constaté que N variait au cours de la transformation et admis en première approximation un loi exponentielle pour cette variation. Avec $N = a e^{-bt}$ l'équation (3) devient :

$$Lx = -\frac{8\pi}{b^4} \frac{G^3}{a} \left(e^{-bt} - \frac{b^3 t^3}{6} - \frac{b^2 t^2}{2} - bt - 1 \right) \quad (5)$$

Ces auteurs ont trouvé une expression de même nature dans le cas de la « recristallisation à deux dimensions », c'est-à-dire où le métal est en feuilles très minces.

d) *Théorie d'Avrami* (8). Dans sa théorie générale des changements de phase, Avrami modifie les hypothèses de Johnson et Mehl à deux points de vue importants :

1. La germination ne se fait plus au hasard dans le temps, mais à partir de germes préexistants à l'instant zéro dans la matrice écrouie. Ces germes préexistants (appelons-les « embryons ») sont au départ en nombre déterminé D_0 par unité de volume. La densité d'embryons $D(t)$ décroît de deux façons à partir de D_0 :

a) en se transformant en germes actifs : la probabilité de formation de germes actifs par embryon par unité de temps étant n , fonction des conditions thermodynamiques ;
b) en étant absorbés par les germes actifs au cours de leur grossissement.

La probabilité n pouvant prendre toutes les valeurs, cette hypothèse revient à considérer N comme variable au cours de la transformation. Mais N n'est pas introduit directement dans cette théorie.

2. Un coefficient de forme permet de s'affranchir de l'hypothèse des germes sphériques et de tenir compte dans une certaine mesure de ce facteur si important de la cinétique : la morphologie des germes.

Les calculs d'Avrami sont malheureusement très complexes. Mais on peut donner une expression très générale qui les résume :

$$x = e^{-K/a} \quad (6)$$

et les valeurs de l'exposant α sont alors :

$$\begin{array}{ll} 3,7 < \alpha < 4,2 & \text{pour des grains polyédriques;} \\ 2,8 < \alpha < 3,7 & \text{pour des grains aplatis;} \\ 1,3 < \alpha < 2,8 & \text{pour des grains en aiguilles;} \end{array}$$

suivant les diverses hypothèses sur n .

Il faut noter que l'équation (6) contient les équations (1), (2) et (4) comme cas particuliers. Avrami a retrouvé l'équation (4) de Johnson et Mehl qui correspond au cas où D_0 étant grand et les germes sphériques, n est petit : alors la réserve d'embryons ne s'épuise pas et leur transformation en germes actifs se fait lentement au cours du temps, ce qui revient à l'hypothèse d'une germination constante dans le temps.

Toutes ces théories conduisent donc à des formules analogues ne différant que par l'exposant α de t . Si en particulier on trace la variation de x en fonction de $u = Lt$ (L = logarithme népérien), on voit immédiatement que les pentes des courbes obtenues sont :

$$\frac{dx}{du} = x L x \quad \text{Krupkowski-Balicki}$$

$$\frac{dx}{du} = 2 x L x \quad \text{Cook-Richards}$$

$$\frac{dx}{du} = 4 x L x \quad \text{Johnson-Mehl}$$

$$\frac{dx}{du} = \alpha x L x \quad \text{Avrami.}$$

Ces expressions sont indépendantes de K ; c'est-à-dire que, d'après ces théories, la courbe $x(u)$ subira uniquement une translation suivant l'axe des u quand on modifiera la température. Ce fait curieux, déjà constaté expérimentalement par Tamman (9), se retrouve pour tous les phénomènes régis par une véritable énergie d'activation. Mais ici, il se produirait également pour toute modification d'un paramètre quelconque, tel que l'écroutissage ou même la composition chimique.

Enfin, ces expressions ne diffèrent que par un coefficient numérique, c'est-à-dire par exemple que la courbe de Johnson et Mehl possède en chaque point une pente

quatre fois plus forte que celle de Krupkowski et Balicki.

Le rapprochement de ces théories montre l'intérêt que présente le tracé en fonction du logarithme du temps de courbes de recristallisation isotherme. Naturellement, les trois premières théories permettent chacune d'interpréter très correctement les résultats expérimentaux à propos desquels elles ont été construites. Mais comme elles n'introduisent aucune hypothèse quant à la nature, la pureté, l'écroutissage, le grain du métal étudié, il importe de rechercher pourquoi elles ne sont pas générales.

Dans l'étude que nous avons entreprise sur l'aluminium, nous nous sommes tout d'abord proposé de rechercher expérimentalement les relations entre la cinétique de recristallisation et certains paramètres tels que le degré d'écroutissage, la température de recuit, la pureté du métal et la grosseur du grain initial. La forme des courbes obtenues nous a amenés ensuite à préciser l'influence d'une restauration préalable et de la température de déformation sur la recristallisation subséquente.

Ces expériences, confrontées avec les résultats antérieurs, devaient nous permettre :

d'effectuer un examen critique détaillé des théories exposées ci-dessus, d'expliquer l'origine des désaccords et de proposer une cinétique acceptable dans tous les cas;

— de confirmer certaines lois relatives à l'influence des principaux paramètres sur la recristallisation et la restauration;

— de tenter de répondre à cette question si controversée, sur laquelle les études de Chossat (10), Varley (11), et tout récemment Cahn (12), ont apporté de premiers résultats : la restauration est-elle un phénomène indépendant de la recristallisation ou en est-elle un stade préliminaire et déterminant? Cette question conduit à examiner la nature des germes de recristallisation et à préciser les phénomènes englobés sous le terme général de restauration.

II

EXPERIMENTATION

A. MATÉRIAUX.

La plupart de nos expériences ont été effectuées sur deux tôles d'aluminium de composition différente recuites après les laminages en passes croisées mises gracieusement à notre disposition par l'Aluminium Français; les analyses faites par ses laboratoires ont donné les chiffres du tableau I.

Des analyses effectuées en différents points ont montré l'homogénéité chimique des tôles. Dans l'Al-C la micrographie révèle des traces de seconde phase insoluble.

Le nombre de grains par mm^2 est de 380 pour la tôle C et de 300 pour la tôle R.

Bien que l'examen macrographique des deux tôles révèle une structure des grains légèrement orientée dans le sens du dernier laminage avant recuit, les rayons X

TABEAU I

Tôle	Repère	Epaisseur	Fe	Si	Cu	Mn	Mg-Ni-Zn	Titre
Al commercial...	C	5 mm	0,40	0,25	traces	0,01	—	99,35
Al raffiné	R	4 mm	0,003	0,004	0,002	—	—	99,991

ne montrent aucune texture pour Al-C et une texture très faible pour Al-R. Cette absence de texture marquée est un élément favorable à l'étude de la cinétique de recristallisation. Il semble, en effet, que cette cinétique soit affectée largement et de façon complexe par la présence de textures avant écrouissage et de textures résultant de l'écrouissage. D'ailleurs, dans ces cas, les germes ont des formes en général très allongées, interdisant l'hypothèse des « grains sphériques » et le métal recristallisé présente une texture liée, de façon plus ou moins complexe, à la texture initiale. C'est en partie pour éviter cet inconvénient que nous avons écroui notre métal par traction et non par laminage. L'écrouissage est alors mesuré par le pourcentage d'allongement d'éprouvettes de traction. Les rayons X après écrouissage de 20 % et recristallisation ne montrent aucune texture très faible pour Al-R.

Les éprouvettes employées étaient du modèle couramment adopté pour les tôles : largeur 15 mm, partie calibrée 60 mm. Elles étaient découpées dans le sens du dernier laminage et usinées avec précaution au 1/100^e de mm. Un dispositif de traction par l'intermédiaire de deux tiges d'acier passant dans des trous percés dans les têtes rigoureusement dans l'axe de l'éprouvette permet-

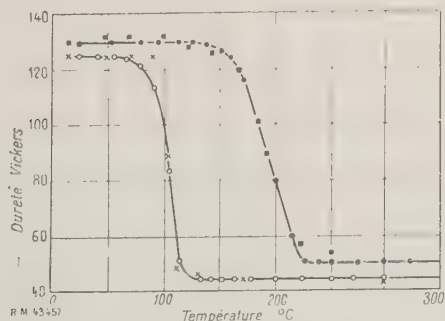


Fig. 1. — Courbe isochrome de recristallisation de deux échantillons de cuivre. Résultats de Cook et Richards (Balicki).

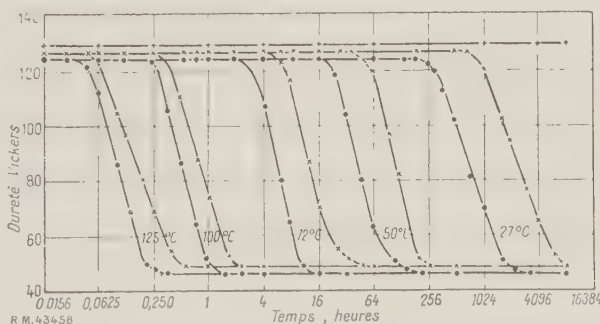


Fig. 2. — Recristallisation isotherme de deux échantillons de cuivre (Cook et Richards).

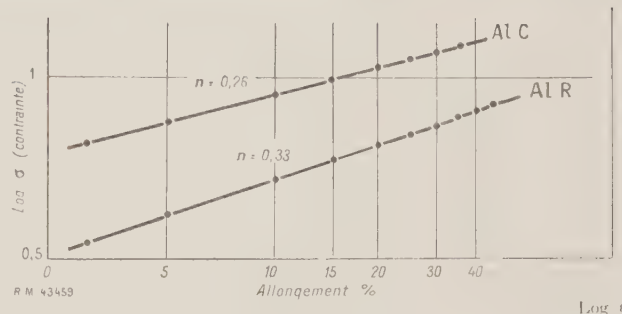


Fig. 3. — Courbe d'écrouissage de deux aluminiums Al-C et Al-R en coordonnées logarithmiques.

tait d'obtenir une traction axiale. La vitesse de déformation sur la machine employée (machine Amsler) ne pouvant être maintenue constante pendant toute la traction, du moins avons-nous obtenu une mise en charge toujours identique avec une vitesse de 0,027 kg/mm²-sec au début de la déformation plastique.

On sait que, d'après Ludwick (13) et Gensamer (14), la déformation ϵ est liée à la contrainte σ en phase plastique par une relation :

$$\sigma = K \epsilon^n$$

où

$$\epsilon = \text{Log } (1 + A \%) \text{ et}$$

n est une constante appelée module d'écrouissage.

La figure 3 montre que cette relation est vérifiée remarquablement pour nos deux métaux avec :

$$n = 0,26 \text{ pour Al-C,}$$

$$n = 0,33 \text{ pour Al-R.}$$

La striction apparaît pour des allongements d'environ 40 % pour l'aluminium C et de 50 % pour l'Al-R. Aussi n'avons-nous pas dépassé des écrouissages de 30 % pour Al-C et de 25 % pour Al-R. Nous avons

vérifié que ces écrouissages se faisaient uniformément tout le long des éprouvettes en mesurant les distances entre une série de repères très fins au microscope à déplacement avant et après déformation.

Les divers écrouissages ont été obtenus en faisant coïncider deux repères fins primitivement distants de 5 cm avec les pointes d'un compas convenablement ouvert. Cette méthode très simple permet d'obtenir une précision supérieure à 0,5 %.

Pour les faibles écrouissages, les divers cristaux du métal se déforment de façon très différente suivant leurs orientations par rapport à la direction de traction, surtout quand le grain est grossier. Cette hétérogénéité de l'écrouissage à l'échelle granulaire est certainement diminuée lorsque les grains sont soumis aux très forts écrouissages du laminage. Mais alors apparaissent les textures que nous voulions éviter. Il faut d'ailleurs remarquer que l'aluminium se déforme de façon relativement homogène. Son module d'élasticité varie peu suivant les orientations cristallines. Il ne donne pas de maclages, et la présence de nombreux systèmes de plans de glissement doit diminuer fortement l'hétérogénéité d'écrouissage même pour les faibles déformations. Owen (15) a d'ailleurs montré par rayons X en utilisant des anticathodes diverses (intéressant des plans réticulaires différents) que la longueur de la maille du réseau de l'aluminium laminé à 50 % restait constante à 1/20000 près quels que soient les plans intéressés. Toutefois, nous ne sommes descendus qu'exceptionnellement au-dessous de 10 % d'écrouissage, afin d'éviter un grain grossier après recristallisation.

Enfin, la présence d'impuretés, surtout pour l'Al-C, pouvant faire craindre des précipitations par vieillissement, nous avons constaté que la dureté des tôles et d'éprouvettes écrouies à 20 % n'avait rigoureusement pas varié pendant deux ans de séjour à l'ambiante.

B. — MÉTHODE.

Les éprouvettes écrouies étaient découpées en cinq petits morceaux. Ces échantillons étaient portés dans un four à température constante pendant des temps variables. Ces temps étaient souvent très grands (jusqu'à plus de 100.000 minutes, soit plus de deux mois dans certains cas) ce qui représente la principale difficulté expérimentale des essais isothermes.

Les phénomènes de restauration et de recristallisation étaient alors suivis par mesure de la dureté complétée par des micrographies et des clichés de rayons X.

Le four était du modèle Chevenard-Journier à haute sensibilité. La température était donnée par un couple

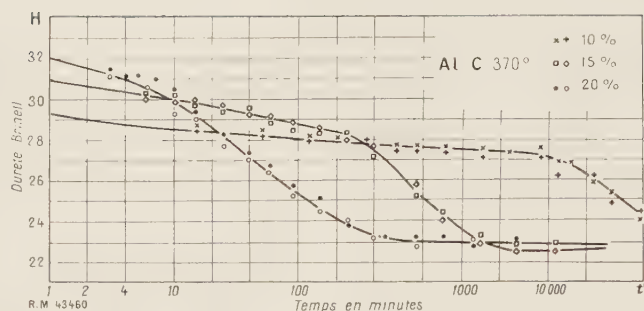


Fig. 4. — Comparaison de diverses expériences montrant la dispersion des mesures.

Chromel-Alumel. Grâce au montage électrique, elle était maintenue constante à $\pm 0,5^\circ$ pendant toute la durée des expériences. Elle était déterminée à environ deux degrés près, mais les différences entre les températures des diverses expériences étaient connues à $0,5^\circ$ près.

Le temps mis par un échantillon pour prendre la température du four, ou « temps de chauffage » peut être une cause d'erreur importante dans la détermination

de temps de recuit et, par ailleurs, la vitesse de chauffage influe sur les phénomènes eux-mêmes, bien que ce soit un facteur assez secondaire. Il faut donc que ce temps soit court et toujours le même. Ceci était obtenu grâce à un bloc thermique en laiton creusé d'une cavité pour loger le couple et les échantillons posés à plat. L'immersion dans un bain liquide donne des temps de chauffage nettement plus courts, mais elle présente l'inconvénient d'altérer la surface du métal pour la mesure de la dureté. Avec ces précautions, nous avons vérifié qu'au bout de deux minutes, l'échantillon est à environ un degré de la température du four qu'il atteint en moins de trois minutes. Ce temps de chauffage est inclus dans les temps donnés pour les expériences (qui sont d'ailleurs presque toujours très grands par rapport à ce temps de chauffage).

Après refroidissement, nous prenons la dureté Brinell avec une bille de 5 mm sous charge de 125 kg pour l'aluminium C et de 62,5 kg pour l'aluminium R.

La bille de fort diamètre a l'avantage d'intéresser un nombre de grains assez important, même quand les grains recristallisés sont gros. Pour une matrice à 100 grains par mm^2 , l'empreinte intéresse au moins 2000 grains. Pour une matrice à 5 grains par mm^2 , l'empreinte intéresse encore au moins 20 grains. De plus, la grosse bille intéresse les grains situés très en-dessous de la surface de l'échantillon, et ce point peut avoir quelque importance car Homès (16) a montré que la recristallisation avait tendance à se faire plus rapidement en surface.

Cet effet statistique réduit considérablement la dispersion et il suffisait d'effectuer trois empreintes sur chaque échantillon. Des essais préliminaires nous ont d'ailleurs montré qu'il était impossible de tracer des courbes convenables avec des billes plus petites. Avec la bille de 5 mm, la dispersion que nous avons obtenue est relativement faible et de l'ordre de $\pm 0,5$ Brinell sur une tôle donnée. Mais cette précision était nécessaire puisque les faibles écrouissages adoptés conduisent à une variation totale de dureté de l'ordre de 8 à 10 Brinell seulement. Un exemple montrera d'ailleurs la reproductibilité des expériences : sur la figure 4 sont reportés les points expérimentaux relatifs à deux groupes d'essais indépendants effectués à une même température de 370° sur l'Al-C qui présente la plus forte dispersion. Pour les

divers écrouissages (10 %, 15 % et 25 %), tous les points de la seconde expérience se placent convenablement sur les courbes de la première. (Voir également, fig. 11).

Plusieurs auteurs ont déjà adopté la mesure de la dureté ou d'une autre propriété mécanique pour suivre le cours du recuit. On admet parfois, et Cook et Richards (3) l'ont vérifié micrographiquement dans le cas du cuivre étudié par eux, que la diminution de dureté est proportionnelle à la quantité de métal *recristallisé*. Il est en effet connu que dans les alliages à deux phases, la dureté est fonction linéaire de la proportion des deux phases. Mais en appliquant ce principe à la recristallisation, on admet que la restauration de la phase écrouie, si elle se produit indépendamment de la recristallisation, ne modifie pas sa dureté (1). En réalité, ceci ne constitue qu'une approximation. Si, dans de nombreux cas, les effets de la restauration sont faibles devant ceux de la recristallisation, les études récentes de Varley (11) et de Chossat (10) et nos propres expériences montrent que ces effets peuvent être relativement importants. On ne peut donc pas admettre que la diminution de dureté donne directement la quantité de métal recristallisé.

Par ailleurs, Seymour et Harker (17) ont montré sur du ferromnickel à 50 % de Ni laminé qu'une recristalli-

sation de 50 % (déterminée par rayons X) donnait une baisse de dureté relative de 85 %, mais ces mesures étaient faites par micro-dureté sous 100 g.

Varley (11) a vérifié que la résistance à la rupture variait linéairement dans la période de recristallisation avec la quantité de métal *recristallisé* déterminée par rayons X.

Nous avons nous-même admis cette proportionnalité de la baisse de dureté à la fraction recristallisée *au cours de la recristallisation proprement dite*. Si certaines expériences (Maddigan et Blank (18), Seymour et Harker (17)) indiquent que la dureté se stabilise alors que la recristallisation n'est pas achevée, il n'y a là dans notre cas qu'une cause d'erreur assez faible, considérablement diminuée par l'effet statistique de la grosse bille.

La dureté ne permettant donc pas à priori de séparer la restauration de la recristallisation, nous avons eu à détecter le début de la recristallisation. Ceci a été en général réalisé par des diagrammes de rayons X effectués par la méthode décrite par Guinier et Le Roux (19). Cette méthode intéresse un volume relativement important de métal, et permet de détecter très tôt la recristallisation lorsque les germes ont des dimensions de l'ordre de 10^{-3} cm. Enfin, la micrographie après polissage électrolytique nous a permis d'étudier la forme et le nombre des nouveaux grains et même, pour Al-R, d'assister à la naissance des germes selon les indications de Lacombe et Beaujard (20).

III

EXPÉRIENCES DE RECRISTALLISATION ISOTHERME EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE ET DE L'ÉCROUISSAGE

A. — RECUIITS ISOTHERMES DE L'ALUMINIUM COMMERCIAL.

1) **Courbes expérimentales.** Les expériences effectuées suivant la méthode décrite au chapitre II sont relatées par des courbes telles que celles de la figure 5. En ordonnées, on porte la dureté Brinell et en abscisses le temps de chauffage total en minutes sur une échelle logarithmique. Pour éviter que les échantillons écrouis non chauffés ($t = 0$) soient représentés par des points à l'infini dans l'échelle logarithmique, on suppose que cette échelle n'est adoptée qu'à partir d'un temps compris en une et deux minutes. En réalité, puisqu'à cause du temps de chauffage, nos durées de recuit sont généralement plus grandes que cinq minutes, la modification apportée aux courbes par ce changement d'échelle est négligeable. Nous placerons donc les points de dureté initiale ($t = 0$) à l'abscisse logarithmique $t = 1$ minute, en gardant en mémoire le changement d'échelle effectué.

Pour la clarté des figures, nous grouperons les courbes isothermes effectuées à des températures différentes pour un même écrouissage. Dans ce cas, en effet, les points de départ et d'arrivée des courbes sont les mêmes. Mais naturellement, les expériences ont été effectuées pour une même température du four avec des écrouissages différents.

Les figures 5, 6, 7, 8 et 9 montrent les résultats obtenus pour des écrouissages de 10, 15, 20, 25 et 30 % sur l'Al-C pour les températures comprises entre 300° et 410°. Dans ces expériences, la dureté finale correspond à l'état recristallisé. Cette dureté n'est pas atteinte pour l'expérience (350°, 10 %) où les derniers points expérimentaux correspondent à des échantillons présentant seulement une recristallisation partielle.

La figure 10 montre le résultat des recuits à 370° pour un écrouissage de 5 %. Dans ce cas, l'état recristallisé n'a pas été obtenu; il en est de même à 390°.

(1) On admet également qu'il n'y a pas de modification de dureté par grossissement du grain, ce qui est inexact.

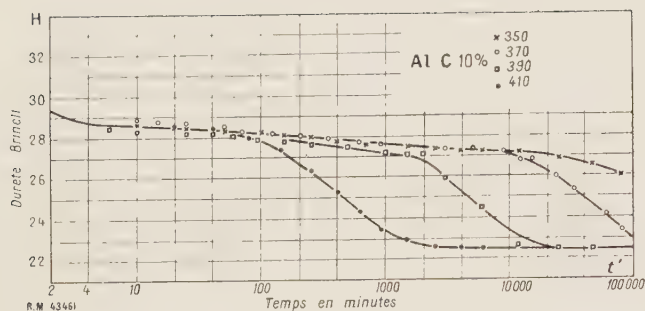


Fig. 5.

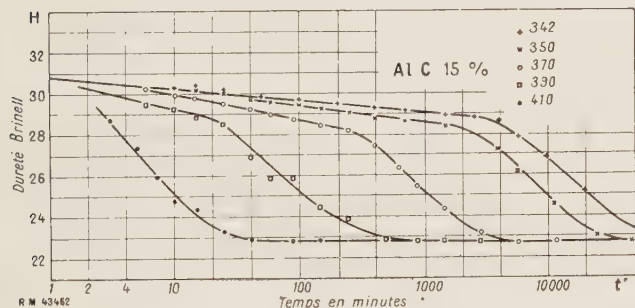


Fig. 6.

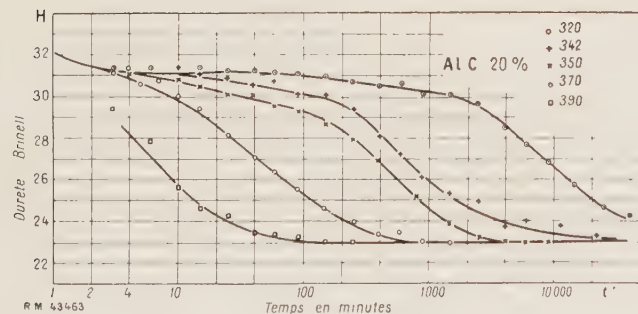


Fig. 7.

La dispersion a été étudiée au chapitre II où l'on a montré la bonne reproductibilité des résultats. Notons cependant ici que la figure 11 montre les résultats de six expériences effectuées à 370° sur Al-C écroui à 20 %. Les points se placent sur des courbes qui sont décalées horizontalement par les erreurs sur la température et l'écroutissage, mais dont les formes sont très voisines. Nous verrons plus loin la grande sensibilité de la recristallisation de Al-C à la température et à l'écroutissage.

2) **Forme des courbes.** Toutes les courbes obtenues (sauf pour l'écroutissage de 5 %) présentent un aspect analogue : baisse lente de dureté, puis changement de courbure, chute rapide, et enfin stabilisation. Dans

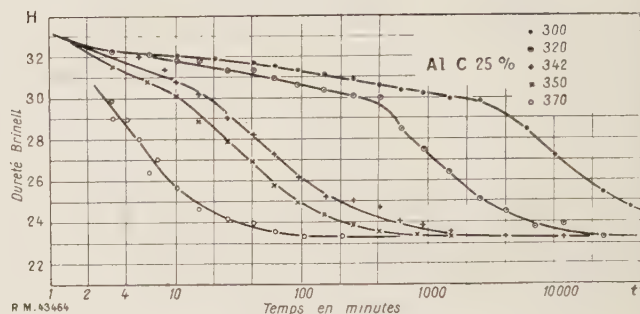


Fig. 8.

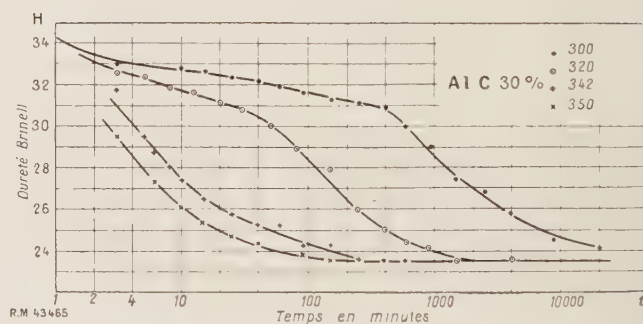


Fig. 9.

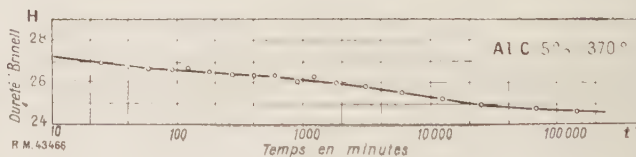


Fig. 10.

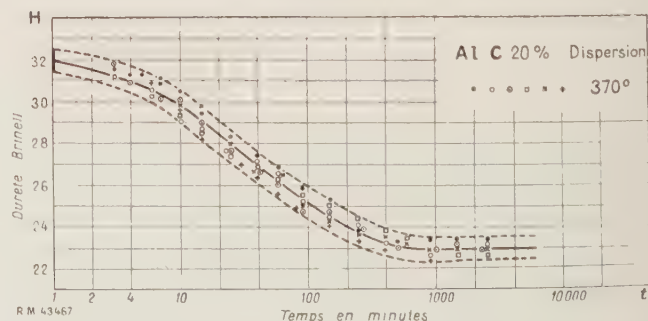


Fig. 11. — Comparaison de six expériences dans les mêmes conditions.

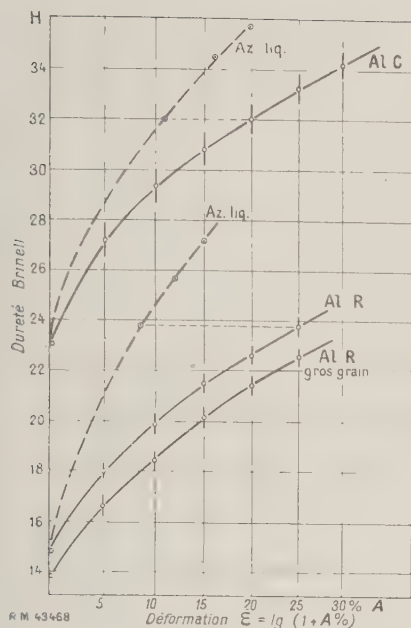


Fig. 12. — Influence de l'écroutissage sur la dureté.

disparu quand la dureté redevient constante.

Aucune trace de recristallisation n'est visible sur des clichés correspondant à l'expérience 5 %-370° de la figure 10, même après un recuit de 150.000 minutes!

Il n'a pas été possible de déceler une « polygonisation » sur nos éprouvettes polycristallines de Al-C avant la recristallisation (même dans l'expérience de la fig. 10).

Dans la plupart des courbes, la chute de dureté se ralentit fortement avant que l'on atteigne la dureté stable de l'état recristallisé. Cette fin de transformation traînante est nettement marquée pour Al-C. Comme nous l'avons indiqué au chapitre II, il est nécessaire de préciser sur les courbes où finit la recristallisation et où commence le grossissement banal du grain. En réalité, dans nos essais, pour les températures utilisées, nous n'avons jamais constaté micrographiquement un grossissement du grain. Ceci est conforme aux constatations de Burgers ((1), § 111). Ce troisième stade du recuit est donc exclu de nos expériences. En particulier, la baisse lente de dureté à la fin de la recristallisation de Al-C ne saurait lui être attribuée. Il est évident que le tracé logarithmique donnant une plus grande importance aux temps courts, la période de baisse lente est en quelque sorte amplifiée par ce tracé.

On peut dès maintenant conclure d'après les examens par rayons X et macrographie que la baisse lente et le « palier » correspondent à une restauration et que la recristallisation devient appréciable au changement de courbure et se termine quand la dureté se stabilise. La

certain cas, le changement de courbure est précédé d'une baisse très faible de la dureté, formant une sorte de palier plus ou moins marqué. Quand la recristallisation est très rapide, à température élevée, la baisse lente du début est masquée.

Les examens radiographiques permettent de préciser l'état du métal au cours du recuit, et montrent que les premiers cristaux apparaissent à un coude correspondant à la baisse de dureté (1). De plus, tous les cristaux écrouis ont

position du changement de courbure, quand elle peut être définie, semble dépendre surtout de l'écroutissage et le tableau II donne une estimation des duretés correspondant au « palier ».

TABEAU II

Ecrouissage	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %
Dureté	27,4	28,6	29,3	30,2	31

3) **Duretés initiales.** La courbe 12 donne la dureté de Al-C en fonction de la déformation (définie par $\log (1 + A \%)$). Les points sont des moyennes d'environ quarante mesures correspondant aux duretés initiales des différentes courbes. Les barres verticales donnent la dispersion maximum.

Cette courbe ne semble pas se déduire de façon simple de la courbe d'écroutissage donnée au chapitre II (fig. 3). En particulier, le logarithme de la dureté n'est pas fonction linéaire du logarithme de la déformation.

4) **Duretés finales.** Les courbes montrent que la dureté finale obtenue après recristallisation complète est indépendante de la température pour un écrouissage donné. (Nous verrons en effet que la grosseur du grain recristallisé est pratiquement indépendante de la température dans nos expériences).

Par contre, la dureté finale varie légèrement avec l'écroutissage, car la grosseur du grain dépend beaucoup de cet écrouissage. Le tableau III donne les chiffres moyens obtenus pour cette dureté finale qui varie très peu autour de vingt-trois Brinell.

TABEAU III

Ecrouissage	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %
Dureté	22,5	22,8	23,0	23,3	23,5

Ces chiffres sont très voisins de la dureté de la tôle brute avant écrouissage et recristallisation, malgré les différences de grosseur de grain des deux états.

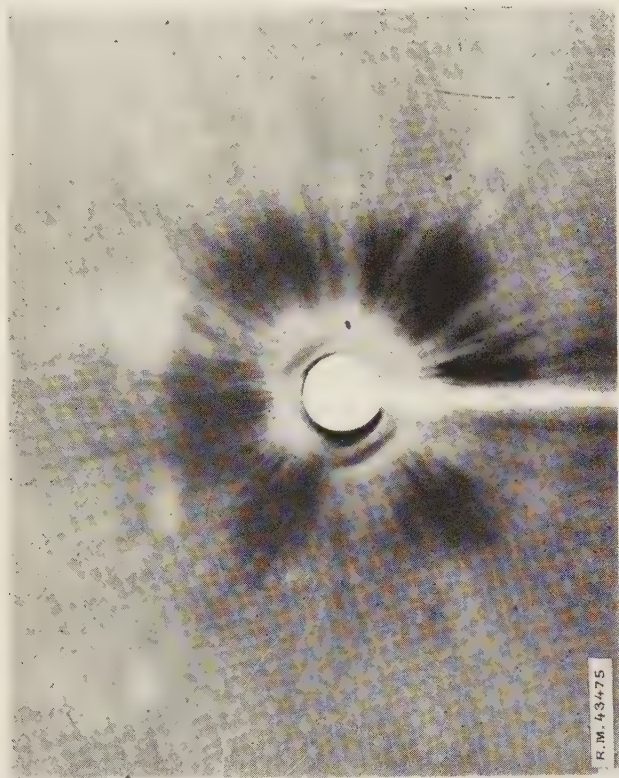
5) **Forme et grosseur du grain recristallisé.** Nous avons déjà signalé l'absence totale de texture de Al-C après recristallisation. Les grains obtenus sont de forme polyédrique à contours très déchiquetés.

La grosseur du grain ne varie pas de façon appréciable avec la température de recuit (cf. Burgers (1), § 132 et Eastwood, James et Bell (29)). Mais elle varie considérablement avec l'écroutissage (cf. Burgers (1), § 129), selon les chiffres du tableau IV (nombre de grains par mm^2).

(1) Nous avons cependant constaté parfois la présence d'un ou deux grains « précoces » avant le changement de courbure dans le cas de Al-C.



Radiographie F (cf. fig. 14).



Radiographie G (cf. fig. 14).



Radiographie H (cf. fig. 14).



Radiographie I (cf. fig. 14).

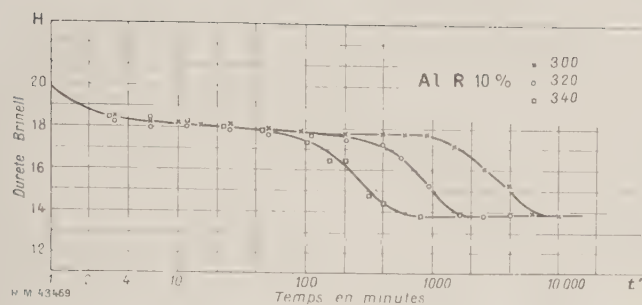


Fig. 13.

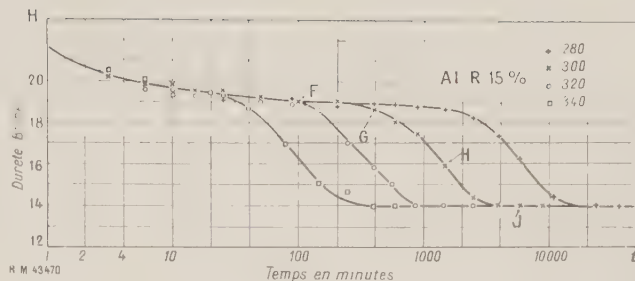


Fig. 14.

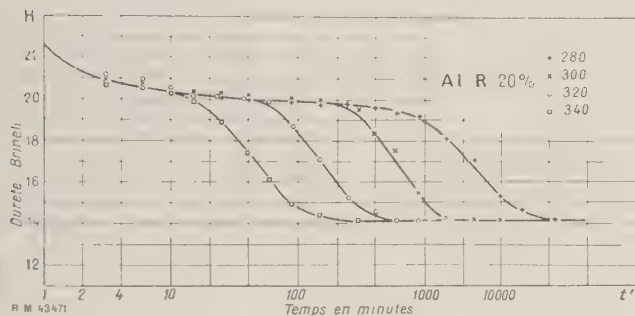


Fig. 15.

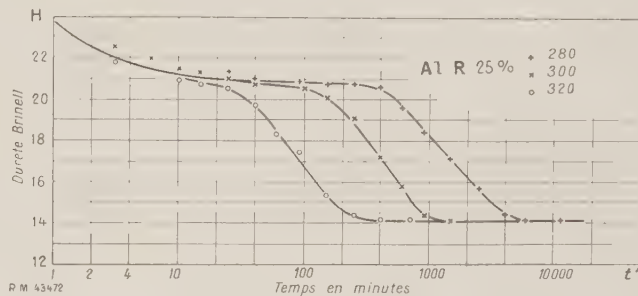


Fig. 16.

TABLEAU IV

Écrouissage	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %
Nombre de grains par mm ²	0,5	2	7	25	80

B. — RECUITS ISOTHERMES DE L'ALUMINIUM RAFFINÉ.

1) **Courbes expérimentales.** Elles sont présentées de la même façon que pour Al-C. Les figures 13, 14, 15, 16, montrent les résultats obtenus pour des écrouissages de 10, 15, 20 et 25 % sur Al-R pour les différentes températures indiquées comprises entre 280° et 340°. La figure 17 montre les résultats d'un recuit à 340° pour un écrouissage de 5 %. L'état recristallisé est obtenu contrairement à ce qui se passe pour Al-C.

La dispersion est notablement moins forte que pour Al-C et le tracé des courbes beaucoup plus précis. Les courbes ont un aspect très voisin de celles de Al-C.

Les radiographies F, G, H et J correspondent aux points marqués de l'expérience 15 %-300° de la figure 14. La photo F ne présente aucune modification

par rapport à l'état écroui. La photo G semble révéler une polygonisation, mais ce phénomène ne peut être mis en évidence avec netteté pour une structure à grain aussi fin. Comme dans Al-C, la recristallisation n'apparaît qu'au changement de courbure.

Cependant ces courbes se distinguent des précédentes par trois caractères importants :

— la baisse de dureté initiale est très marquée dans les premières minutes du recuit ;

— le « palier » est beaucoup plus net, probablement parce que la dispersion est plus faible ;

— la fin de transformation ne « traîne » pas et on atteint rapidement la dureté stable de l'état recristallisé.

En réalité, le « palier » semble correspondre à une baisse très lente de la dureté. Des expériences plus précises seraient nécessaires pour éclaircir ce point. Mais avec ces réserves, on peut définir ici la position du « palier » avec quelque précision. Cette position semble varier légèrement avec la température. Cependant, le phénomène n'est pas assez sensible pour que l'on puisse conclure à un abaissement du palier de restauration quand la température augmente comme l'a trouvé Kornfeld (49) sur des monocristaux d'aluminium fortement écrouis.

Par contre, la position du palier de restauration varie avec l'écrouissage. Le tableau V donne pour les quatre écrouissages utilisés la dureté correspondant au palier.

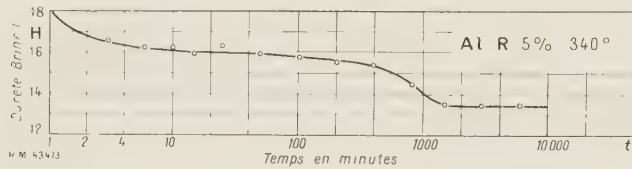


Fig. 17.

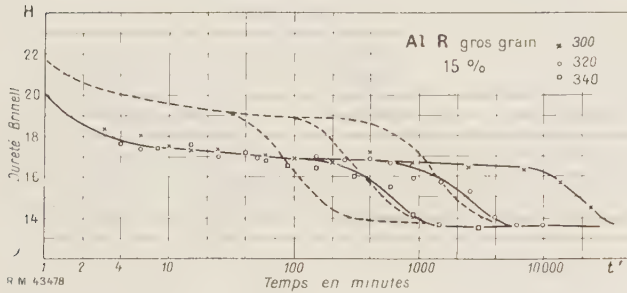


Fig. 18.

TABLEAU V

Ecouissage	10 %	15 %	20 %	25 %
Dureté	17,7	19	20	20,8

2) **Duretés initiales.** La courbe 12 donne la dureté de Al-R en fonction de la déformation. Les points sont des moyennes d'environ trente mesures. Ici encore, cette courbe ne se déduit pas simplement de la courbe de déformation.

3) **Duretés finales.** La dureté finale est indépendante de la température pour un écouissage donné. Elle dépend légèrement de l'écouissage comme le montre le tableau VI, mais la variation est très faible autour du chiffre 14 qui est lui-même très voisin de la dureté de la tôle brute.

TABLEAU VI

Ecouissage	10 %	15 %	20 %	25 %
Dureté	13,7	14,1	14,3	14,3

4) Forme et grosseur du grain recristallisé.

Les mêmes remarques que pour Al-C s'appliquent ici. Le nombre de grains par mm^2 en fonction de l'écouissage est celui donné au tableau VII.

5) Influence de la grosseur du grain initial.

Bien que nous n'ayons pas étudié systématiquement cette influence, nous reportons ici quelques résultats

TABLEAU VII

Ecouissage	10 %	15 %	20 %	25 %
Nombre de grains par mm^2	11	19	36	55

obtenus en comparant la recristallisation de Al-R ordinaire (300 grains/ mm^2) et celle du même métal ayant subi après le dernier laminage un recuit lent à l'air qui a donné une grosseur de grain de 16 par mm^2 .

Les figures 18, 19, 20 donnent les courbes de recuit de l'aluminium raffiné à gros grain écoui de 15, 20 et 25 %. Les courbes pointillées correspondent à la recristallisation de Al-R ordinaire. La dispersion est très forte et interdit toute interprétation quantitative. Mais on peut retenir les deux résultats qualitatifs suivants :

— la baisse de dureté par restauration est plus accentuée que pour Al-R;

— le grain grossier retarde notablement la recristallisation, conformément aux résultats trouvés par de nombreux auteurs (cf. 62, 7, 3).

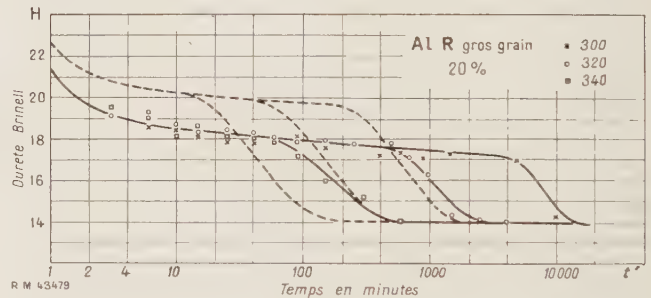


Fig. 19.

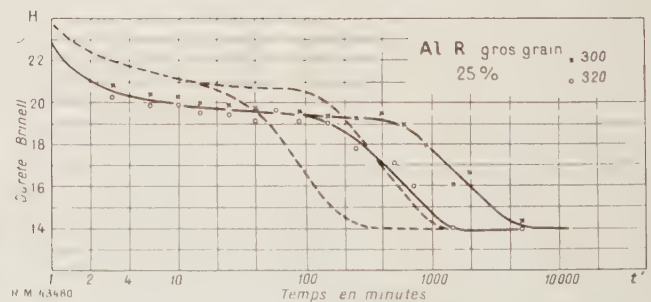


Fig. 20.

Signalons en conclusion de ce chapitre que des expériences en cours sur le cuivre, l'étain et le « mumétal » et effectuées dans des conditions similaires présentent les mêmes caractères principaux. En particulier, on enregistre un palier de restauration avant la recristallisation.

IV

INFLUENCE DE LA RESTAURATION ET DE LA TEMPÉRATURE D'ÉCROUISSAGE SUR LA RECRISTALLISATION

A. — CHAUFFAGE AVANT ÉCROUISSAGE.

Il semble à priori que le chauffage des éprouvettes à basse température avant l'écroissage ne puisse influencer sur leur recristallisation ultérieure puisqu'elles ont été échauffées à beaucoup plus haute température lors du recuit de la tôle.

Cependant, le professeur Benedicks nous a fait remarquer (discussion 39) que l'adsorption aux joints des grains du métal au cours de son élaboration d'une substance réfractaire comme le nitrure ou l'oxyde d'aluminium pouvait modifier profondément la recristallisation et expliquer certains écarts entre les théories et l'expérience. Il nous a alors paru possible qu'un chauffage prolongé à basse température modifie cette hétérogénéité chimique par dissolution des substances réfractaires. Par ailleurs, dans Al-C impur, un tel chauffage était susceptible de créer des modifications de vieillissement.

Cependant, des éprouvettes de Al-C maintenues à 170° pendant trente jours ont donné des courbes de recristallisation à 370° identiques (à la dispersion habituelle près) à celles obtenues sans chauffage préalable.

B. — RESTAURATION DANS L'EAU BOUILLANTE.

Des éprouvettes de Al-C et de Al-R à grain fin et grossier écrouies de 20 % ont été maintenues dans l'eau bouillante pendant un an. Après ce traitement, la dureté n'avait pas varié. Ceci n'est pas étonnant pour Al-C car les essais de Howell et Paul (63) sur fil d'Al étiré de pureté analogue maintenu six cent vingt-cinq jours à 100° ne donnent qu'une baisse de 5 % de la charge de rupture. Pour Al-R, il a été montré que la recristallisation pouvait se faire à l'ambiante, mais après un fort écroissage (Calvet, (50)).

La recristallisation de ces éprouvettes à 370° pour Al-C et à 300° pour Al-R a donné des courbes identiques, à la dispersion près, aux courbes habituelles.

C. — RESTAURATION DE Al-C ÉCROUI DE 20 %.

Des éprouvettes de Al-C écrouies de 20 % ont été maintenues dans un bain de sel ($\text{NO}^2\text{Na} + \text{NO}^3\text{K}$) à température constante. Les températures étaient assez faibles pour que la recristallisation ne puisse s'effectuer. Les diminutions de dureté correspondaient donc à la restauration.

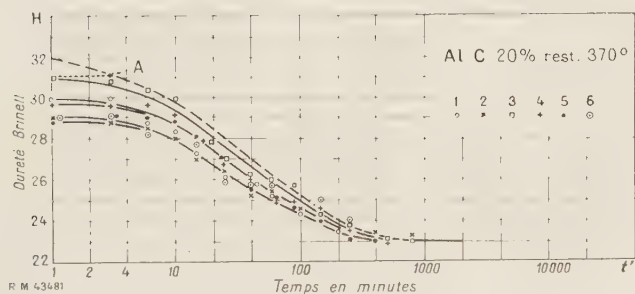


Fig. 21.

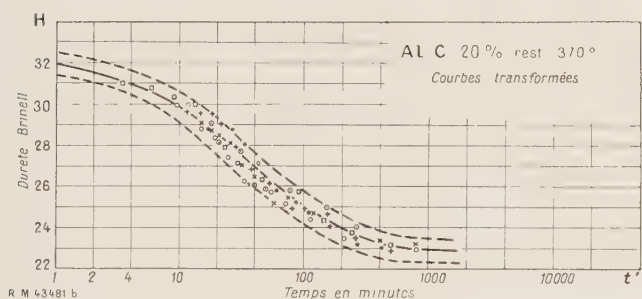


Fig. 21 bis

Le tableau VIII donne les traitements de ces éprouvettes et leurs duretés après traitement.

TABLEAU VIII

Eprouvettes	Durée de chauffage	Température	Dureté après restauration
1	140 heures	170°	30
2	700 »	170°	29
3	5 »	190°	31
4	48 »	190°	29,8
5	250 »	190°	28,9
6	5 »	225°	29

On notera que la dureté minimum ainsi obtenue (28,9) est à peu près celle du « palier » des courbes de recristallisation (29,3).

Ces éprouvettes ont été ensuite recristallisées à 370° suivant la méthode habituelle en même temps que des éprouvettes témoins non restaurées. La figure 21 montre les courbes obtenues, la courbe pointillée représentant l'essai témoin.

Pour comparer ces courbes qui correspondent à des variations de dureté d'amplitudes différentes à cause de la restauration, il est nécessaire d'amener les points de départ en coïncidence par une affinité.

Si nous adoptons une correspondance horizontale, nous

devons retracer les courbes 1, 2, 3, etc., à partir des points de la courbe témoin correspondant aux duretés initiales des éprouvettes 1, 2, 3... Par exemple, nous placerons le point de dureté initiale de la courbe 1, non pas à l'abscisse une minute (suivant notre convention habituelle), mais à l'abscisse trois minutes, au point correspondant A de la courbe témoin. Ceci revient à décaler toutes les abscisses de la courbe 1 de trois minutes. Ce procédé semble plus logique qu'une affinité verticale. On peut en effet considérer que le point A par exemple correspond à deux échantillons à peu près dans le même état, l'un restauré à 370° suivant la courbe témoin, l'autre restauré à basse température jusqu'à la même dureté.

La figure 21 bis où l'on a effectué cette correspondance pour tous les points expérimentaux de la figure 21 montre que les nouveaux points obtenus se placent convenablement sur la courbe habituelle (*).

Il n'apparaît donc pas, à la précision de nos mesures, que la restauration ait influé sur la recristallisation subéquente.

D. — RESTAURATION DE Al-C ÉCROUI DE 10 %.

Dans les expériences précédentes, la restauration était faite à une température relativement basse et de près de 200° inférieure à celle de la recristallisation. Dans les

(*) Si on avait adopté une affinité verticale, on obtiendrait aussi une bonne coïncidence, car la dispersion est trop forte pour que l'on puisse choisir entre les deux procédés.

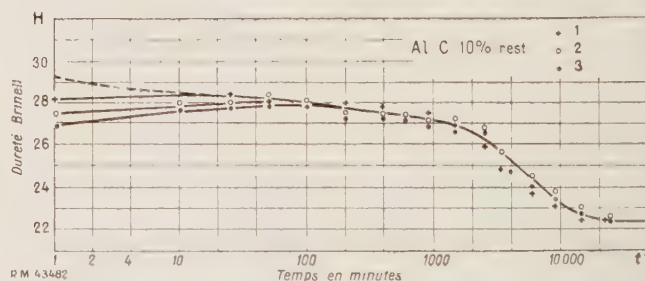


Fig. 22.

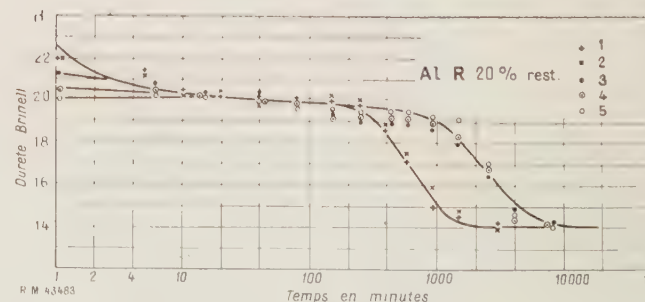


Fig. 23.

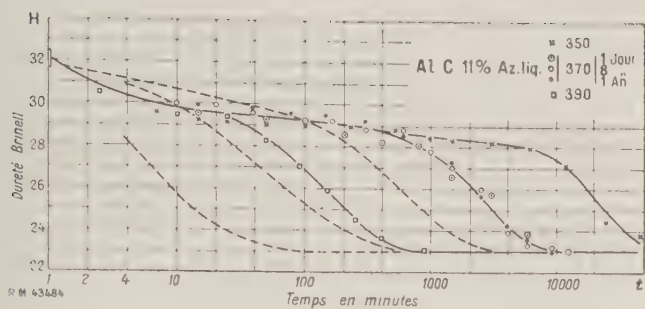


Fig. 24.

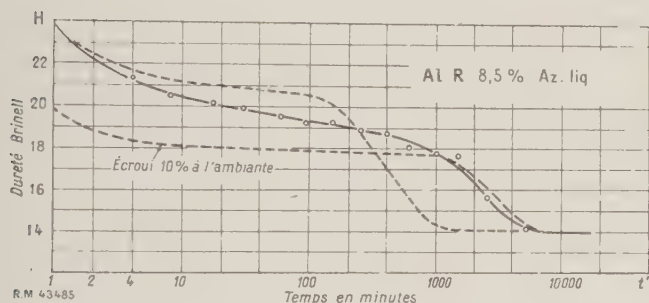


Fig. 25.

essais qui suivent, sur Al-C écroui à 10 % seulement, nous avons pu prendre une température de restauration beaucoup plus élevée (300°) et beaucoup plus proche de la température de recristallisation (390°).

Le tableau IX donne les durées de restauration à 300° et les duretés obtenues.

TABLEAU IX

Epreuves	Durée de chauffage	Dureté
1	50 mn	28,2
2	1 000 »	27,4
3	15 000 »	26,8

Ces éprouvettes ont été ensuite recristallisées à 390° en même temps que des éprouvettes témoins. La figure 22 montre les courbes obtenues. Il est ici inutile de transformer les courbes pour voir que la recristallisation se produit en même temps dans toutes les éprouvettes à la précision des mesures près. La restauration préalable n'a pas d'influence sensible.

Il est curieux de noter que les échantillons restaurés à 300° ont en général une dureté légèrement supérieure après chauffage de quelques minutes à 370°. La dispersion ne permet pas d'affirmer que cette élévation de dureté est significative. Mais comme elle n'a jamais été

constatée sur Al-R, on pourrait y voir une manifestation de l'hétérogénéité chimique de Al-C. Ceci pourrait expliquer que la baisse initiale de dureté de Al-C est beaucoup plus lente que pour Al-R (cf. chapitre III). Une mise en solution partielle d'un élément durcissant tel que le nitrure peut en effet contrebalancer l'effet normal de la restauration.

E. — RESTAURATION DE Al-R ÉCROUI DE 20 %.

Les éprouvettes de Al-R écrouies de 20 % ont été restaurées selon le tableau X.

TABLEAU X

Epreuves	Durée de chauffage	Température	Dureté après restauration
1	2 000 mn	170°	22
2	12 000 »	170°	22
3	1 000 »	170°	21,2
4	6 000 »	230°	20,5
5	20 000 »	230°	20,1

Les éprouvettes 1 et 2 dont la restauration est très faible ont été recristallisées à 300°, les éprouvettes 3, 4 et 5 à 280°.

Les points expérimentaux sont reportés sur la figure 23 où les courbes représentent les expériences témoins.

La coïncidence des points et des courbes au cours de la recristallisation montre que la restauration n'a pas eu d'influence sensible sur celle-ci.

F. — ÉCROUissage DE Al-C DANS L'AZOTE LIQUIDE.

L'influence de la température de déformation sur la recristallisation ultérieure a déjà été signalée, mais des expériences systématiques ne semblent pas avoir été faites à ce sujet.

Pour effectuer nos déformations à température de l'azote liquide bouillant (— 195°), nous avons réalisé un montage très simple où l'éprouvette baigne dans l'azote pendant la traction, les allongements étant mesurés par le déplacement relatif de deux tiges fixées à l'éprouvette.

Le durcissement par écouissage dépendant de la température de déformation, nous avons cherché la déformation qui donne le même durcissement qu'un allongement de 20 % à l'ambiante. La figure 12 donne approximativement la dureté en fonction de la déformation dans l'azote liquide pour Al-C. On voit qu'un allongement de 11 % à cette température est nécessaire pour avoir la dureté cherchée.

En réalité, nous n'avons pu éviter une certaine dispersion dans la dureté obtenue, mais ceci ne modifie en rien la valeur qualitative des résultats.

Après l'allongement de 11 %, les éprouvettes ont été recristallisées à 350°, 370° et 390°. La figure 24 montre les courbes obtenues à côté des courbes pointillées correspondant aux éprouvettes témoins écrouies de 20 % à l'ambiante. On remarque le décalage très net dans le temps des courbes homologues : l'écrouissage dans l'azote liquide retarde considérablement la recristallisation.

Nous avons d'autre part constaté qu'une déformation de 20 % dans l'azote liquide conduisait à une recristallisation beaucoup plus précoce que la même déformation à l'ambiante. Ce n'est donc ni le durcissement seul, ni la déformation seule qui déterminent les conditions de recristallisation.

Enfin, nous avons cherché si la durée de séjour à l'ambiante des éprouvettes déformées dans l'azote liquide avait une influence sur la recristallisation subséquente. Les points de la courbe 370° sont relatifs à trois essais

indépendants sur des éprouvettes ayant séjourné respectivement un jour, huit jours et un an à l'ambiante avant la recristallisation. Aucune influence de cette durée de séjour ne peut être décelée, et on constate la bonne reproductibilité des courbes.

G. — ÉCROUISSAGE DE Al-R DANS L'AZOTE LIQUIDE.

La même expérience a été réalisée avec Al-R. L'influence de la température sur le durcissement est ici plus importante, car une déformation des éprouvettes de 8,5 % seulement dans l'azote liquide donne une dureté équivalente à une déformation de 25 % à l'ambiante.

La figure 25 montre la courbe de recuit obtenue sur de telles éprouvettes. La recristallisation est notablement retardée et le métal se comporte beaucoup plus comme celui qui est écroui de 10 % à l'ambiante que comme celui qui est écroui de 25 %.

V

DISCUSSION DES RÉSULTATS

A. — INTERPRÉTATION DE LA FORME DES COURBES.

La plus grande partie de nos courbes expérimentales, aussi bien sur Al-C que sur Al-R se ramène au schéma suivant : baisse légère et continue de la dureté terminée par un palier plus ou moins net et plus ou moins « descendant », puis changement de courbure, baisse rapide et enfin stabilisation.

Les rayons X et la micrographie indiquent que les premiers germes décelés par ces méthodes d'observation se produisent au changement de courbure. Mais ce serait une grave erreur d'en conclure que la recristallisation commence à ce changement de pente. On peut seulement dire qu'en ce point les germes ont atteint des dimensions telles que, d'une part ils sont décelables par nos méthodes d'observation (donc de l'ordre de 10^{-3} cm) et d'autre part ils influent sur la dureté de l'ensemble. Quant à savoir où commence réellement la recristallisation, c'est-à-dire quant les germes se forment (avec par exemple des dimensions de l'ordre de 10^{-5} cm) il semble que l'on ne puisse actuellement répondre à cette question, sur laquelle d'ailleurs nous reviendrons.

Comme les germes, même s'ils sont formés bien avant le changement de courbure, ont un volume global très faible, ils ne peuvent faire baisser la dureté (au contraire, une seconde phase très dispersée l'augmente en général) et Thorley (21) pense que l'on devrait observer un élargissement des raies Debye-Scherrer au moment de la germination.

La baisse lente est donc due à ce que nous avons appelé la restauration, c'est-à-dire l'ensemble des phénomènes qui précèdent l'apparition des germes. Le coude et la baisse rapide se produisent quand la fraction recristallisée devient appréciable. Les expériences de Varley (11), par mesure de la charge de rupture d'Al commercial laminé, donnent des courbes isothermes d'allure semblable aux nôtres et peuvent s'interpréter de la même façon.

Mais le point le plus intéressant est l'existence d'une sorte de palier (quand la recristallisation est assez lente pour ne pas le masquer). Ce palier est beaucoup mieux marqué pour Al-R, mais il existe également pour Al-C bien que la dispersion masque le plus souvent sa présence dans ce dernier cas.

D'autres auteurs ont noté l'existence d'un tel palier. Chossat (10) l'a très bien mis en évidence sur l'Al raffiné. On peut déceler sa présence dans des expériences de Dix Jr. sur l'aluminium (22), de Pomp et Niebch sur l'acier (23). Le palier observé par Rickett et Mackenzie (24) sur l'acier calmé à l'aluminium est d'une autre origine. Des courbes isothermes de Tamman (25) sur tungstène et de Crussard (26) sur Al montrent aussi un palier qui a probablement la même nature. Le professeur Chaudron (27) en a conclu à l'existence réelle d'un stade intermédiaire entre l'état écroui et l'état recuit. Nous chercherons plus loin à préciser cet état intermédiaire de « restauration ».

De plus, cette forme des courbes confirme l'existence d'une période d'incubation, temps nécessaire aux germes

de recristallisation (qu'ils soient préexistants à l'état écroui ou qu'ils se forment pendant la restauration) pour devenir actifs, c'est-à-dire capables de se développer. De nombreuses mesures (7), (28) ont en effet montré que la vitesse de grossissement G était constante au cours de la recristallisation. Si les germes étaient actifs dès le début du recuit, ils se développeraient de façon continue, plus ou moins vite selon la valeur constante de G et la dureté baisserait régulièrement. Le fait qu'elle baisse brusquement après une période relativement stable montre que la plupart des germes apparaissent peu de temps avant cette baisse. On définit ainsi une période d'incubation globale, pendant laquelle peuvent se produire des phénomènes de restauration, mais aucune apparition notable de germes actifs. Ceci n'exclut d'ailleurs pas la possibilité pour certains germes privilégiés de se développer plus tôt au cours du recuit. Ainsi, nous avons parfois observé des germes isolés très précoces pour Al-C.

Un dernier point mérite d'être noté : le palier, surtout sur Al-R, n'est pas horizontal, mais légèrement descendant. Il semblerait donc que la recristallisation débute alors que la restauration n'est pas terminée. Il y aurait là une nouvelle preuve de la complexité de la restauration qui n'est pas composée d'un seul mais de plusieurs phénomènes.

La différence de netteté du « palier » entre les deux Al a été attribuée à la différence de dispersion. Cet accroissement de la dispersion dû aux impuretés s'explique bien tout au long du recuit, car l'hétérogénéité chimique amène naturellement deux régions voisines à se comporter différemment dans le temps. Cette hétérogénéité est à l'origine des germes précoces déjà signalés. Cependant, le ralentissement systématique observé en fin de recristallisation pour Al-C est probablement dû à l'influence retardatrice de certaines impuretés comme le manganèse.

Cette influence de Mn ressort des essais de Eastwood, James et Bell sur Al (29) et de ceux de Austin, Luini et Lindsay sur Fe (30). Des courbes récentes de Varley (31) sur Al à 2 % de Mg montrent d'ailleurs la même fin traînante.

B. — ETUDE CRITIQUE DES CINÉTIQUES DE LA RECRISTALLISATION.

1. Mode de comparaison des résultats expérimentaux.

L'incertitude qui règne sur la position du point où débute la recristallisation rend très difficile toute étude cinétique de la transformation. Les auteurs (3), (7) qui se sont occupés de cette cinétique ont toujours admis que la recristallisation commençait dès qu'ils décelaient les premiers germes visibles, ce qui est satisfaisant parce que les germes non encore visibles intéressent un volume négligeable. Parfois même, ils ont simplement admis la proportionnalité pure et simple de la variation de propriété étudiée à la fraction recristallisée. Ceci est beaucoup

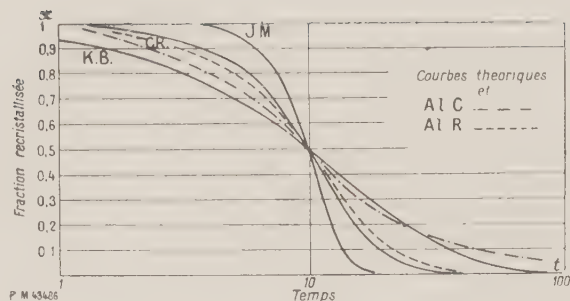


Fig. 26.

moins légitime, comme nous l'avons vu au chapitre II, pour deux raisons :

- la restauration peut modifier notablement la propriété;

- la propriété peut ne pas être fonction linéaire de la transformation recristallisée, et en particulier se stabiliser avant la fin de la transformation.

Dans nos expériences où la restauration est importante, mais où il semble que la recristallisation soit achevée quand la dureté se stabilise, nous admettrons qu'au point de vue cinétique, la recristallisation commence au changement de courbure et se termine à la dureté constante finale.

Des difficultés surgissent alors du fait que le « palier » qui précède le changement de courbure n'est pas horizontal, qu'il n'apparaît pas quand la recristallisation est très rapide (surtout pour l'Al-C) et que sa position dépend de la température, comme nous l'avons vu au chapitre III. En réalité, nous prendrons comme début de la recristallisation la fin du palier le mieux marqué et nous admettrons que cette position est indépendante de la température parce que cette variation n'est guère décelable. Pour un écrouissage donné, les points ainsi définis comme début de la recristallisation se trouvent sur une horizontale de dureté donnée, même quand le palier n'est pas apparent.

Cette façon de faire est conforme aux examens par micrographie et par rayons X (sauf cas exceptionnels sur Al-C). Mais nous ne devons pas perdre de vue que ceci n'est qu'une approximation et non une réalité physique. Nous ne pouvons pas admettre avec Varley (11) que la recristallisation débute pour un taux de restauration global donné parce que nous ne savons pas où débute réellement la recristallisation, parce que la restauration semble se poursuivre pendant la recristallisation, et parce que la position du palier dépend en théorie et même en pratique de la température. Le raisonnement de Varley implique que la recristallisation est une conséquence de la restauration, ce qui ne saurait être admis sans autres preuves et sans autres précisions.

Dans la phase de recristallisation ci-dessus définie, nous admettrons alors une variation proportionnelle de la dureté à la fraction recristallisée (cf. Chap. II). Ceci nous permet de tracer théoriquement les courbes $(x, \log t)$ ou courbes de transformation.

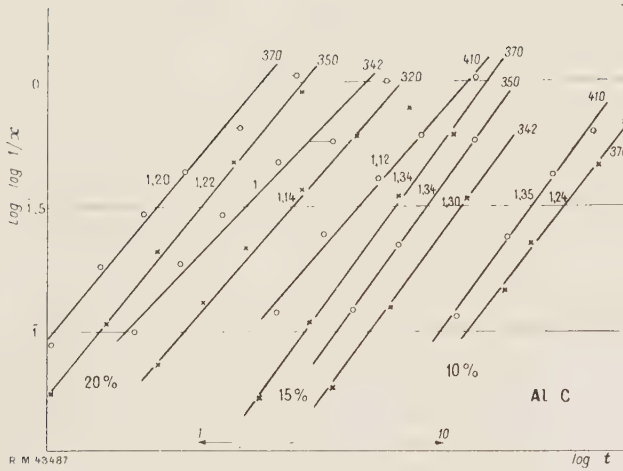


Fig. 27.

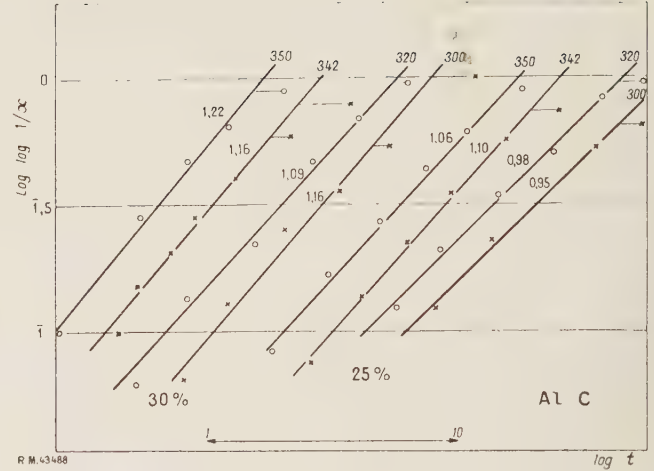


Fig. 28.

Mais nous avons vu dans l'introduction que les diverses théories cinétiques ne différaient que par l'exposant de t dans les formules donnant la fraction non recristallisée. En particulier, les pentes des courbes de transformation des théories de Krupkowski Balicki, de Cook et Richards et de Johnson et Mehl en coordonnées $(x, \log t)$ sont indépendantes des conditions expérimentales et sont entre elles en chaque point comme les nombres 1, 2 et 4.

La figure 26 montre ces trois courbes théoriques et deux de nos courbes typiques pour Al-C et Al-R tracées par la méthode que nous venons de décrire. Il est clair, d'après cette figure, qu'aucune des trois équations (1), (2), (4) ne peut convenir pour représenter nos résultats : la pente de nos courbes en un point quelconque, par exemple au point de demi-recristallisation est différente de chacune des pentes des trois courbes théoriques.

Nous avons cependant abandonné cette méthode de

comparaison par les pentes des courbes, qui est très imprécise, et adopté celle déjà employée par Brindley (32) :

Les équations (1), (2) et (4) s'écrivent en prenant les logarithmes (népériens ou décimaux) :

$$(1') \log.\log. \frac{1}{x} = \text{constante} + \log. t;$$

$$(2') \log.\log. \frac{1}{x} = \text{constante} + 2 \log. t;$$

$$(4') \log.\log. \frac{1}{x} = \text{constante} + 4 \log. t;$$

et l'équation d'Avrami, plus générale :

$$(6') \log.\log. \frac{1}{x} = \text{constante} + n \log. t.$$

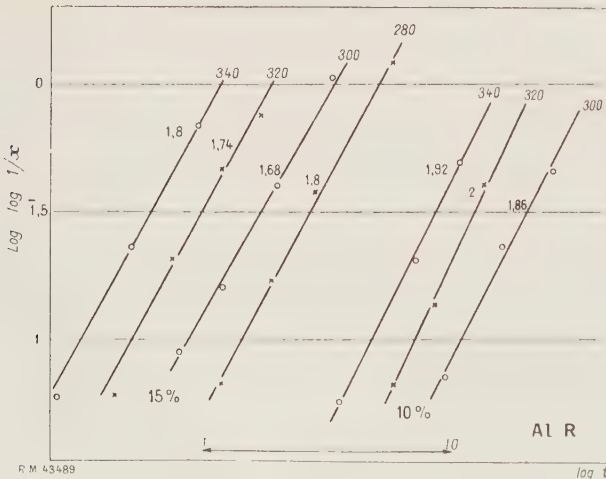


Fig. 29.

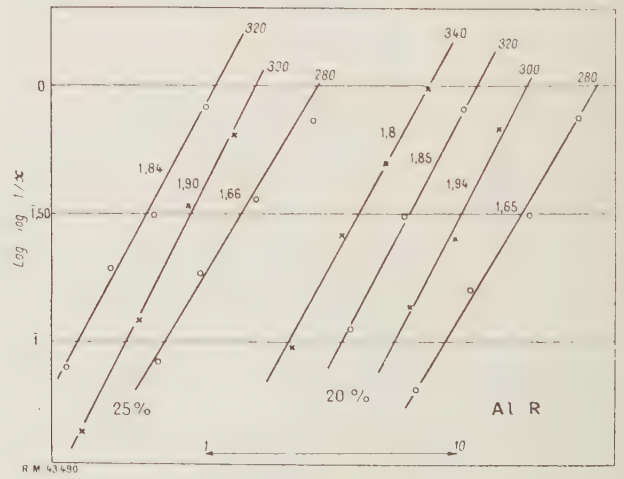


Fig. 30.

Le tracé de $\log. \log. \frac{1}{x}$ en fonction de $\log. t$ permet ainsi de déterminer pour chaque courbe expérimentale la valeur du coefficient α de l'équation d'Avrami. L'avantage de cette méthode est que si l'équation (6') est vérifiée, la courbe obtenue est une droite dont il est facile de mesurer la pente qui n'est autre que le coefficient α . Or, il est plus facile et plus précis de tracer des droites que des courbes à partir de points expérimentaux. Il faut remarquer que ce mode de représentation a tendance à accroître la dispersion des résultats; il est inapplicable pour x voisin de 0 ou 1. D'une façon générale, on a :

$$\Delta \left(\log. \log. \frac{1}{x} \right) = - \frac{\Delta x}{x \log. x}$$

Les figures 27, 28, 29 et 30 montrent les courbes obtenues en appliquant cette méthode à nos résultats sur Al-C et Al-R. D'une façon générale, étant donné la dispersion, on peut admettre que ces courbes sont des droites et on obtient ainsi des coefficients variant de 0,95 à 1,35 pour Al-C et de 1,65 à 2 pour Al-R. Il convient cependant de remarquer que dans certains cas, les droites obtenues ont tendance à s'incurver vers l'axe des $\log. t$.

De façon à effectuer un examen critique des diverses théories proposées, nous avons rassemblé au tableau XI tous les résultats d'essais isothermes que nous connaissons et nous avons repris les points expérimentaux des auteurs de la manière indiquée pour déterminer les coefficients d'Avrami.

L'examen de ce tableau fait ressortir les faits suivants :

a) De façon générale, les points correspondant aux diverses expériences s'alignent convenablement sur des droites. L'équation d'Avrami est donc vérifiée et représente bien la grande majorité des courbes;

b) Les valeurs de α varient considérablement d'une expérience à l'autre. Ceci montre clairement qu'aucune des théories proposées ne permet de saisir l'ensemble des résultats. La théorie d'Avrami elle-même, qui donne des valeurs de α comprises entre 1,3 et 4,2 suivant la forme des grains ne semble pas suffisante;

c) Les valeurs de α n'obéissent pas à des lois simples relatives à la nature du métal, à l'écroutissage, à la pureté ou à la grosseur du grain. Mais il apparaît que ces facteurs ont une importance déterminante parce que α reste sensiblement constant quand ils ne subissent que de faibles variations. On peut d'ailleurs enregistrer certaines tendances : un grain plus gros ou un fort écroutissage donnent un α plus petit pour un métal donné;

d) La dispersion dans les valeurs de α est d'autant plus forte que α est plus grand. Ceci est l'inconvénient des mesures de pente, et il ne faut pas oublier que des variations de α de 4 à 7 par exemple correspondent à une modification assez faible de la forme des courbes;

e) il est très important de noter que les variations de α ne sont pas dues essentiellement au mode d'observation

de la recristallisation. S'il est vrai que dans l'ensemble l'observation directe par rayons X ou micrographie donne des nombres plus grands, le chiffre de 1,7 trouvé pour un résultat d'Anderson et Mehl et surtout la similitude des chiffres relatifs aux expériences par rayons X et par dureté de Seymour Harker montrent la valeur intrinsèque du coefficient α ;

f) enfin, nous avons signalé que, dans certains cas, l'équation d'Avrami n'était pas correctement vérifiée. Il est remarquable que l'incurvation se produise alors toujours vers l'axe des $\log. t$ comme dans nos expériences. Plusieurs causes peuvent être à l'origine de ce phénomène secondaire :

— une modification de la forme des grains qui changerait le coefficient de forme d'Avrami (ce serait le cas des expériences de Decker et Harker) ;

— un freinage global de la fin de la transformation par les impuretés ou l'hétérogénéité de l'écroutissage (cas de notre Al-C) ;

— une surestimation de la quantité recristallisée, provenant de ce que la recristallisation ne serait pas terminée quand la propriété étudiée se stabilise dans les mesures indirectes (l'incurvation se produit rarement dans les mesures directes et cette cause d'erreur doit être fréquente).

Nous sommes maintenant en mesure de reprendre les diverses théories pour reconnaître leurs mérites et expliquer leurs faiblesses.

2. Théorie de Krupkowski et Balicki.

Cette théorie où $\alpha = 1$ conduit à une équation qui transcrirait en première approximation près de la moitié des résultats; nos mesures sur Al-C où α varie de 0,95 à 1,35, celles de ses auteurs sur le cuivre et celles sur les laitons. Mais elle nous paraît trop schématique et il s'agit probablement de simples coïncidences. Elle ne prévoit d'ailleurs aucun écart autour de la valeur $\alpha = 1$, ce qui réduit considérablement sa portée. Elle ne peut fournir par exemple aucune interprétation des résultats d'Anderson et Mehl ($\alpha > 4$) qui sont pourtant des mesures directes de la fraction recristallisée. Elle donne une vitesse maximum au début de la transformation $\left(\frac{dx}{dt} \text{ max. pour } t = 0 \right)$, ce qui est incompatible avec l'existence d'une période d'incubation (*). Son vice est de méconnaître le mécanisme de la recristallisation, mais sa simplicité et son succès quand la recristallisation est freinée comme dans notre Al-C, ou quand la fraction recristallisée est surestimée par la méthode de mesure, expliquent la faveur qu'elle a longtemps connue.

(*) En réalité les autres cinétiques ne donnent pas non plus de courbes à période d'incubation, car il y a là une quasi-impossibilité mathématique. Mais leur tangente à l'origine est horizontale, et elles sont d'autant plus confondues avec cette tangente à l'origine que α est plus grand.

3. Théorie de Cook et Richards.

Cette théorie où $\alpha = 2$ est vérifiée remarquablement par les résultats expérimentaux de ses auteurs sur le cuivre laminé. Mais elle est en opposition avec nos mesures sur l'aluminium, avec celles de Brandsma et surtout de Decker sur le cuivre, de Anderson et Mehl sur Al, de Stanley sur les aciers au silicium. Pour expliquer ces divergences, il est nécessaire de revenir sur les hypothèses de la théorie. Elle admet :

a) que la restauration précède la recristallisation et en est un prélude indispensable;

b) que $\frac{d\omega}{dt} = -\beta\omega$ où ω est la fraction non restaurée, c'est-à-dire $1 - \omega = 1 - e^{-\beta t}$ et la simplification $1 - \omega \sim \beta t$;

c) que N et G ne sont pas deux variables indépendantes;

d) que $\frac{dx}{dt}$ est proportionnel à $x(1 - \omega)$.

L'hypothèse a) conduit à considérer qu'au cours de la recristallisation, il y a trois phases en présence. Le métal écroui se transformerait en métal restauré, qui deviendrait à son tour recristallisé. Et ces trois phases coexisteraient parce que admettre la simplification $1 - \omega \sim \beta t$ revient à admettre que la recristallisation débute quand $1 - \omega$ est petit, c'est-à-dire quand il reste encore du métal écroui. Or, on n'a jamais constaté la présence de trois phases distinctes dans le sens habituel du terme. On admet plus généralement qu'à l'échelle macroscopique, la restauration est un phénomène étendu à l'ensemble du métal écroui, par opposition à la recristallisation qui se fait par germination.

D'ailleurs, par la suite (38) pour justifier l'approximation $1 - \omega \sim \beta t$ Cook et Richards ont modifié leur définition de $(1 - \omega)$ qui n'est plus la fraction restaurée mais le « degré d'écrouissage » et ont admis que $1 - \omega$ n'intervenait que pour la formation des germes recristallisés. Ceci semble en contradiction avec les hypothèses a) et c).

En réalité, nous avons déjà montré (39) que la simplification $1 - \omega \sim \beta t$ n'était pas nécessaire et qu'on pouvait développer la théorie sans approximation. On trouve :

$$\frac{dx}{dt} = -\alpha x (1 - e^{-\beta t}) \text{ soit :}$$

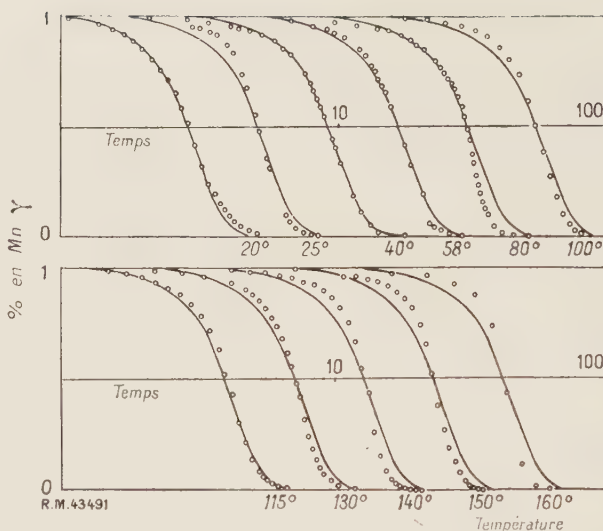


Fig. 31.

$$Lx = -\alpha t + \frac{\alpha}{\beta} (1 - e^{-\beta t})$$

d'où :

$$\frac{dx}{du} = -\beta t x Lx \frac{1 - e^{-\beta t}}{-\beta t + 1 - e^{-\beta t}}$$

Une valeur approchée de cette expression est :

$$\frac{dx}{du} = x Lx (2 - \beta t)$$

$$\text{Pour : } x = \frac{1}{2}, \omega \leq \frac{1}{2}$$

donc $\beta t \geq L 2$. Le coefficient d'Avrami serait alors non pas 2, mais $2 - \beta t$ qui est

inférieur ou égal à $2 - L 2 = 1,3$.

Thorley a d'ailleurs récemment repris entièrement les expériences de Cook et Richards sur les mêmes bases que nous, et donné ainsi une meilleure interprétation de leurs résultats avec les mêmes hypothèses théoriques. De toutes façons, si la théorie de Cook et Richards permet d'interpréter convenablement leurs expériences et a le mérite de faire intervenir la restauration dans le processus de recristallisation, elle nous semble trop simple dans son formalisme (pas de N et G) et trop particulière dans son application (cas du Cu laminé en texture double maclée) pour servir de base à une théorie plus complète. Il faut seulement retenir que les résultats de Cook et Richards correspondent à $\alpha = 2$ dans l'équation d'Avrami et que la restauration peut avoir un rôle essentiel dans le mécanisme de la recristallisation; ce rôle ne saurait se schématiser dans un traitement mathématique élémentaire.

4. Théorie de Johnson et Mehl.

Nous avons vu que dans cette théorie le calcul général conduit à un coefficient $\alpha = 4$ quand on admet que N et G sont constants pendant la transformation et que la germination se fait au hasard dans le temps et l'espace par germes sphériques. Il n'existe pas, à notre connaissance, d'expérience de recristallisation qui corresponde exactement à ces hypothèses. Par contre, nous avons pu vérifier cette théorie de façon remarquable (40) sur les données expérimentales de Potter, Lukens et Huber (41) relatives à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ du manganèse. (Le calcul de Johnson et Mehl est en effet valable pour toute transformation, du moment que l'on admet les hypothèses). La figure 31 montre la bonne coïncidence de la courbe de Johnson et Mehl (en trait plein) avec les points expérimentaux à différentes températures.

Les écarts à forte température sont explicables en partie par la correction de temps de chauffage. De toute façon l'écart maximum observé peut correspondre soit à une variation de NG^3 de 30 % pendant la transformation, ce qui est très faible, soit au fait que le Mn était obtenu par dépôt électrolytique, donc présentait une texture influant sur la morphologie des germes et incompatible avec l'hypothèse de grains sphériques.

Les expériences sur la recristallisation de Anderson et Mehl sur Al et de Stanley sur FeSi sont convenablement interprétées par des formules qui dérivent directement de celles de Johnson et Mehl, où N n'est plus constant, mais fonction exponentielle du temps, ($N = a e^{bt}$). Ces formules un peu plus complexes distinguent entre recristallisation à deux dimensions (feuilles minces) et à trois dimensions (équation 5). Les constantes a et b déterminées par l'expérience permettent ainsi de retrouver correctement les courbes expérimentales. Ces formules donnent en effet des valeurs de $\alpha > 4$ pour la recristallisation à trois dimensions et $\alpha > 3$ dans la recristallisation à deux dimensions.

Malheureusement, elles impliquent la détermination de la loi de variation de N en fonction du temps, opération extrêmement délicate, seulement possible dans certaines conditions. Le fait qu'une correspondance parfaite entre la formule et la courbe expérimentale n'a pas été trouvée, même dans les cas les plus favorables, montre que l'une au moins des hypothèses n'est pas strictement vérifiée.

Il est donc intéressant de reconsidérer les hypothèses de Johnson et Mehl.

a) Hypothèse d'une germination constante au cours du temps.

La théorie admet que les germes se forment au hasard dans le temps. Mais on peut au contraire supposer que les germes sont *préexistants* à l'instant zéro dans la matrice écrouie, et cette hypothèse a conduit Evans à une cinétique donnant $\alpha = 3$ au lieu de $\alpha = 4$ dans la recristallisation à trois dimensions.

Une telle cause de diminution de α ne peut guère être retenue sous cette forme. Si les germes étaient préexistants et commençaient à croître à l'instant zéro avec la vitesse constante G , la période d'incubation n'existerait pas.

Mais on peut par contre admettre que les germes sont préexistants (embryons) et ne commencent à croître qu'au bout d'un certain temps, quand ils deviennent *actifs* et ceci conduit à la cinétique d'Avrami. Nous verrons que tout porte à croire à la préexistence des germes dans la structure écrouie et qu'ainsi la critique adressée à Johnson et Mehl par Avrami est pleinement justifiée.

b) Hypothèse d'une germination générale.

Cette hypothèse simplificatrice revient à ne pas tenir compte des anciens joints de grains et autres imperfections dans la germination. Cependant dans la déformation plastique, les distorsions cristallines sont plus intenses au voisinage des joints des grains qu'à l'intérieur des cris-

taux. Cette hétérogénéité des distorsions dépend du métal et de la température d'écrouissage. Les germes apparaissent de préférence au voisinage des régions perturbées, c'est-à-dire surtout dans les joints de grains comme l'ont montré notamment Lacombe et Beaujard (20). Dans ces conditions, l'hypothèse d'une germination générale n'est légitime que pour un grain extrêmement fin. Johnson et Mehl ont cherché à modifier leur équation pour tenir compte de ce fait. Le calcul, très complexe, montre une diminution de α qui pourrait passer ainsi de 4 à 3,6.

c) Variation de N au cours du temps.

Nous avons vu qu'Anderson et Mehl, puis Stanley avaient trouvé une croissance exponentielle de N avec t , qui détruisait l'hypothèse de N constant. Une croissance de N au début de la transformation avaient été prévue par Laurent (42) dans l'étude théorique des transformations allotropiques. Cette théorie envisage en effet que la dimension du germe n'est pas nulle, mais que la probabilité de formation d'un germe est d'autant plus grande que ce germe est plus petit. Les germes ne deviennent visibles que lorsqu'ils ont atteint des dimensions suffisantes, soit r_0 . A l'instant zéro, on observe les germes plus grands que r_0 . Si G est la vitesse de grossissement, à l'instant t on observera non seulement les germes de dimension supérieure à r_0 formés à cet instant, mais surtout les germes de dimension $r_0 - G\tau$ formés antérieurement à $t - \tau$ qui atteignent à la dimension r_0 .

Les conditions de formation restant constantes, le nombre de germes visibles croît donc rapidement depuis l'instant zéro jusqu'à l'instant $\frac{r_0}{G}$ (*). Dans la recristal-

lisation, si les germes ont des dimensions hétérogènes, la croissance rapide de N au début de la transformation constatée par Anderson et Mehl et par Stanley pourrait s'expliquer par ce phénomène qui viendrait fausser les mesures (**). Mais les expériences où $\alpha < 2$, en particulier les nôtres, impliquent au contraire une décroissance de N au cours du temps. En effet, en différenciant l'équation de Johnson et Mehl, on trouve :

$$\frac{dx}{du} = x L x \left(4 + \frac{1}{NG^3} \frac{d(NG^3)}{du} \right)$$

donc l'écart entre la pente théorique $4 x L x$ et la pente expérimentale peut être attribuée à la variation de NG^3 pendant dt , les autres hypothèses restant admises. Le fait

(*) Du moins en première approximation, en admettant G indépendant de r ; en fait, la théorie indique que G croît avec r .

(**) Cependant, il ne semble pas que cet effet soit suffisant. Par exemple pour un essai à 350°, écrouissage 5 % sur feuille mince, G est de 2.10^{-5} cm/sec. Si un germe est repéré avec un rayon r_0 de 2.10^{-2} cm (grossissement employé : de 5 à 10), la vitesse de germination devrait être constante à partir du temps

$\tau_0 = 1.000$ secondes après la période d'incubation, alors qu'elle croît encore 4.000 secondes après.

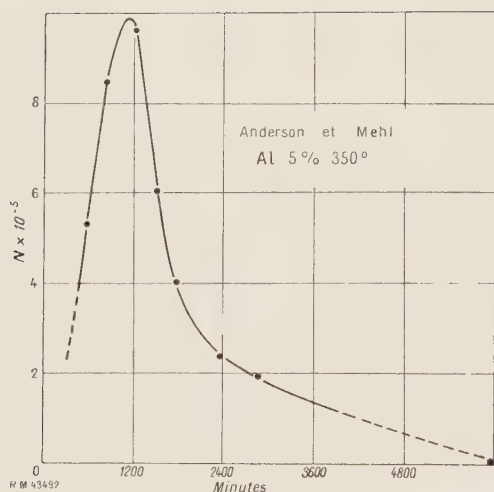


Fig. 32.

que la pente des courbes expérimentales où $\alpha < 2$ est inférieure à $4 \times L \times (\alpha = 4)$ indique que $\frac{d(NG^3)}{du}$ est négatif, c'est-à-dire que NG^3 diminue au cours du temps.

Il est possible que dans le cas de notre Al-C, G diminue vers la fin de la transformation au lieu de rester constant. Mais d'une façon générale, la diminution du facteur NG^3 doit être attribuée à N . Une telle décroissance de N au cours de la recristallisation, nécessaire pour expliquer un grand nombre de résultats et les nôtres en particulier, a été trouvée expérimentalement par Anderson et Mehl (7). La figure 32 montre cette curieuse décroissance de N (après une croissance initiale) sur un aluminium à grain assez gros faiblement écroui. La valeur de α correspondante est de 3,3 au lieu de 5 à 6. Dans le cas de l'aluminium laminé, ces auteurs ont également trouvé une variation analogue de N (d'où un α de 1,7) et même une courbe $N(t)$ décroissante depuis l'origine.

La courbe 32 est importante, car si ce phénomène est général, il permettrait d'expliquer toutes les valeurs de α obtenues. Les autres hypothèses de Johnson et Mehl étant par exemple conservées, on obtiendrait des valeurs de $\alpha > 4$ pour les expériences où la recristallisation est terminée alors que N n'a pas encore atteint le maximum de la courbe 32. On aurait les valeurs $\alpha < 4$ pour tous les cas où ce maximum est largement dépassé, ou pratiquement confondu avec l'origine.

Une telle variation de N peut avoir deux origines (cf. (39)) :

a) L'hétérogénéité de l'écrouissage :

Nous admettons que les germes se produisent d'abord dans les régions où l'énergie de distorsion est la plus

forte. Les régions de très forte énergie sont relativement peu nombreuses et on a peu de germes au début. Puis les germes apparaissent dans les régions plus nombreuses d'énergies moins élevées, ce qui explique la croissance de N . De telles régions pourront être des joints de grains et les germes apparaissant se développeront vers l'intérieur des cristaux. Enfin, de nouveaux germes peuvent encore apparaître dans les parties non recristallisées d'énergie plus faible, parties moins nombreuses qui peuvent être situées à l'intérieur des cristaux. Pour des métaux à grain très fin, ce dernier stade pourra ne pas exister et N n'atteindra pas le maximum de la courbe 32. Pour les métaux laminés, on atteindra très vite le maximum et N semblera décroître depuis l'origine;

b) L'hétérogénéité de composition chimique :

Dans une solution solide en équilibre, la composition chimique n'est pas uniforme. Il existe ainsi des domaines plus ou moins riches en impuretés où la vitesse de germination est différente. La recristallisation va alors débiter dans les domaines peu nombreux où la composition chimique favorise une germination très précoce. N croîtra et passera pas un maximum pour les nombreux domaines de composition chimique moyenne, puis décroîtra dans les régions moins nombreuses à germination lente.

Il est évident que ces deux explications sont tout à fait parallèles et qu'elles permettent l'une et l'autre d'interpréter la courbe 32. Les explications se résument schématiquement à ceci : nous admettons que la vitesse de germination N soit en fonction du temps une courbe correspondant à la répartition statistique des diverses régions du métal écroui, suivant leur écrouissage et leurs fluctuations de composition, c'est-à-dire suivant leur énergie. Il n'est donc pas étonnant, dans ces conditions, d'obtenir pour N une forme de courbe rappelant la courbe de Gauss. La courbe 32 est nettement dissymétrique, ce qui peut être dû à la superposition des effets des deux hétérogénéités. Mais il n'est pas impossible que la sous-estimation de N due à l'invisibilité des premiers germes, que nous avons signalée, soit la cause de cette dissymétrie et que la variation réelle soit effectivement une courbe de Gauss symétrique.

5. Théorie d'Avrami.

Il ressort de la discussion précédente que la théorie d'Avrami, par sa forme très souple et très générale, donne des résultats beaucoup plus satisfaisants que les autres puisqu'elle ne fixe pas de valeur précise à α , qu'elle suppose que les germes sont préexistants, ce qui revient à admettre une variation de N au cours de la transformation, et qu'elle tient compte de la morphologie des germes.

Elle permet d'interpréter les expériences de Decker et Harker sur le cuivre et celles de Cook et Richards (qui ont indiqué que les grains obtenus étaient de forme très allongée). La majorité des valeurs de α étant comprises entre les valeurs extrêmes données par Avrami, 1,3.

et 4,2, et beaucoup de résultats où α est inférieur à 1,3 étant douteux au point de vue cinétique, on serait même tenté de dire que cette théorie rend compte de l'ensemble des expériences.

Il faut cependant être prudent, car l'influence du coefficient de forme est considérable, et il n'est pas certain que les valeurs de α expérimentales correspondent toujours à la zone de valeurs prévues pour la forme des germes obtenus. Ainsi, pour notre Al-R où les grains sont polyédriques, nous trouvons α de l'ordre de 1,8 au lieu de 4 et ceci ne peut être dû uniquement à la méthode de mesure. Dans les autres cas, l'examen du tableau ne permet pas de se prononcer avec certitude sur la correspondance entre les prévisions et les résultats, car la forme des grains ne peut être en général qu'estimée d'après le mode d'écroutissage des auteurs.

La théorie d'Avrami est malgré tout la plus satisfaisante du point de vue physique et du point de vue cinétique. Mais elle a l'inconvénient de ne pas se prêter aux données expérimentales. Il semble en effet impossible de déterminer la probabilité de formation des germes à partir des embryons, caractéristique essentielle dans cette théorie, et la complexité des calculs rend son utilisation très incommode. Il est plus simple d'introduire la vitesse de germination N et d'étudier ses variations.

6. Conclusions.

Cette étude sur les cinétiques de la recristallisation fait ressortir les points suivants :

a) aucune des théories proposées ne permet de saisir l'ensemble des résultats expérimentaux; cependant, la théorie d'Avrami qui a le grand mérite d'introduire la morphologie des germes paraît s'accorder à la plupart des résultats;

b) les calculs de Johnson et Mehl fournissent une base solide avec des hypothèses simples pour interpréter les expériences où les germes sont sphériques et où la variation de N en fonction du temps est négligeable ou facile à déterminer;

c) la forme très générale de l'équation d'Avrami s'applique pratiquement à tous les résultats connus, où les valeurs de α varient alors dans de très larges limites;

d) pour établir une théorie cinétique générale de la recristallisation plus maniable que celle d'Avrami, il est nécessaire :

— de préciser le mécanisme de la formation des germes. Les diverses théories ne font que des hypothèses trop générales à ce sujet. L'influence de la restauration sur la recristallisation, qui a fait naître des controverses entre les théories de Krupkowski et Balicki et de Cook et Richards, se rattache directement à cette question;

— de tenir compte des variations de N au cours de la transformation qui dépendent largement de l'écroutissage, de la grosseur du grain et de la composition chimique. Cette question se ramène selon nous à celle de la probabilité de formation des germes suivant les conditions locales de la manière que nous avons indiquée.

C. — INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE. ENERGIE D'ACTIVATION.

La recristallisation est d'autant plus rapide que la température est plus élevée. Cette loi apparaît de façon quantitative dans les diverses théories proposées où les constantes de vitesse de réaction K sont de la forme proposée par Arrhénius :

$$K = c e^{-\frac{Q}{RT}}$$

Q appelé l'énergie d'activation, doit être défini de la façon suivante : c'est l'énergie minimum qu'il faut fournir à des atomes en position métastable pour qu'ils puissent franchir la barrière de potentiel qui les sépare d'une position plus stable, et entrer ainsi en réaction. La proportion d'atomes qui par suite de l'agitation thermique ont une énergie supérieure à Q par atome-gramme est donnée par la loi de distribution de Maxwell-Boltzmann,

soit $e^{-\frac{Q}{RT}}$.

Plus cette proportion sera forte et plus la réaction se produira rapidement. On peut donc écrire, A étant une constante :

$$v = \text{vitesse de réaction} = A e^{-\frac{Q}{RT}}$$

Si nous adoptons la cinétique générale d'Avrami, qui contient toutes les autres, nous avons :

$$x = e^{-kt^n}$$

d'où : $\frac{dx}{dt} = v = -K \alpha t^{n-1} x$

$$v = \frac{x}{t} \alpha L x$$

Pour une valeur donnée de x (par exemple $x = 0,5$) on a donc :

$$v = B \frac{x}{t} \text{ avec } B = \text{constante.}$$

Si nous rapprochons les deux expressions de v , il vient :

$$A e^{-\frac{Q}{RT}} = B \frac{x}{t}$$

c'est-à-dire :

$$L t = \frac{Q}{RT} + C'$$

Il suffit donc de tracer Lt (ou $\log. t$) en fonction de $\frac{1}{T}$ pour les valeurs de t correspondant à un certain avancement de la transformation (par exemple $x = 0,5$) pour obtenir une droite dont le coefficient angulaire donne

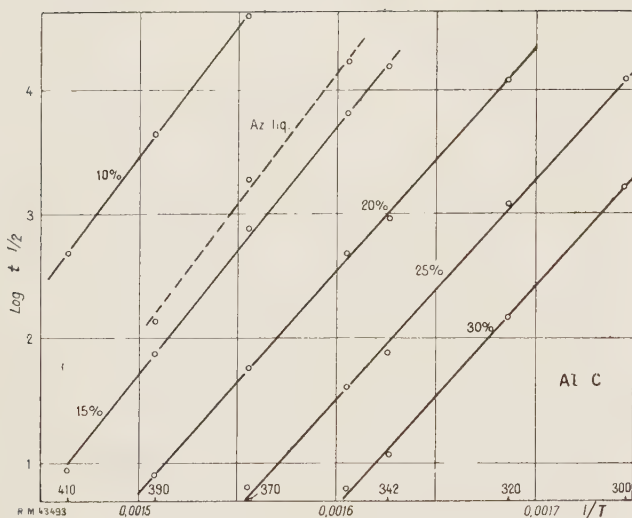


Fig. 33.

l'énergie d'activation à une constante près, et ceci *quelle que soit la cinétique de la transformation (*)*.

Il est essentiel de remarquer qu'on ne pourra vraiment parler d'une énergie d'activation pour une transformation donnée que :

a) si les points expérimentaux ainsi reportés s'alignent convenablement sur une droite;

b) si la pente de cette droite dépend peu de la valeur constante adoptée pour x .

Ces conditions signifient que Q doit être constant au cours de la transformation et que les courbes expérimentales sont superposables par translation parallèle à l'axe des $\log t$: pour reprendre le critère déjà utilisé, α doit être constant pour tous les groupes de courbes où la température est le seul paramètre.

Dans nos expériences, nous avons vu que α variait pour un même écrouissage de 0,95 à 1,35 au maximum pour Al-C et de 1,65 à 2 au maximum pour Al-R.

Dans ces conditions, il n'y a aucun obstacle à déterminer une énergie d'activation pour Al-R. Pour Al-C, les variations de α sont un peu plus importantes, mais il existe cependant un domaine autour de $x = 0,5$ où les courbes sont superposables et où on peut définir correctement une énergie d'activation constante. La figure 33 montre en effet les points de demi-recristallisation de

Al-C en coordonnées $\log t, \frac{1}{T}$. Pour chaque écrouissage, les points s'alignent convenablement sur une droite. On obtiendrait des droites sensiblement parallèles en prenant

$0,25 < x < 0,75$, par exemple x correspondant à la demi-variation totale de dureté.

Les énergies d'activation déduites de ces droites pour Al-C sont :

10 %	: 96.000 cal/mol.g
15 %	: 92.000
20 %	: 83.000
25 %	: 81.000
30 %	: 81.000

Il serait illusoire dans ce genre de résultats de donner plus de deux chiffres significatifs. Dans ce cas, en particulier, l'imprécision est notable parce que les valeurs de Q trouvées sont grandes, c'est-à-dire que la recrystallisation de Al-C est *très sensible* à la température. Ce fait a d'ailleurs constitué une gêne constante dans nos expériences et nécessité de grandes précautions.

La figure 34 montre les résultats pour Al-R. Dans ce cas, l'alignement est particulièrement bon. Les énergies d'activation sont :

10 %	: 47.500 cal/mol. g
15 %	: 48.000
20 %	: 47.000
25 %	: 47.000

La précision est ici plus grande parce que les valeurs de Q sont plus faibles (recrystallisation moins sensible à la température) et le tracé des courbes expérimentales plus précis.

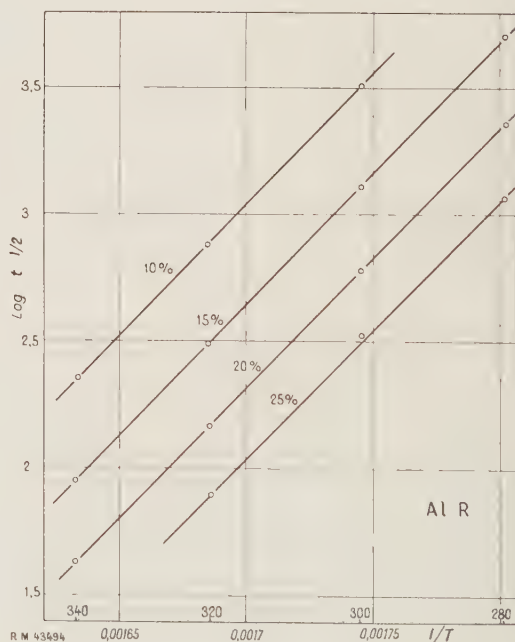


Fig. 34.

(*) Ceci est la justification de la loi de Van Liempt (43) ou des « états conformes » où le temps et la température pour un pourcentage donné de transformation sont liés par la relation $T \log c t = \text{const.}$

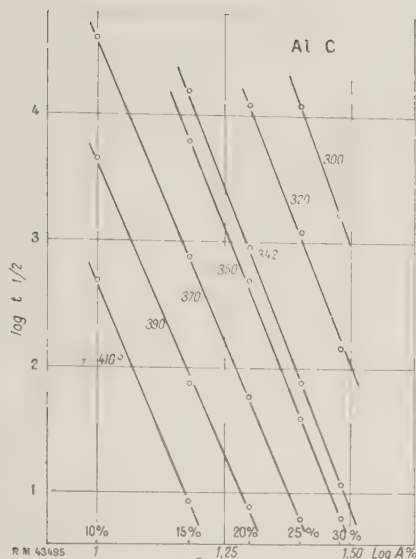


Fig. 35.

D'une façon générale, et surtout pour Al-C, l'énergie d'activation diminue légèrement quand l'écroissage croît. Ceci est conforme aux résultats d'autres auteurs (Anderson et Mehl, Cook et Richards). Les chiffres déjà trouvés pour Q sur l'Al sont donnés dans le tableau XI. La valeur moyenne que nous trouvons pour Al-R est tout à fait voisine de celles données par Anderson et Mehl (métal un peu moins pur).

Mais notre valeur moyenne de Q pour Al-C est très différente de celle de Varley sur un aluminium de pureté analogue. Ceci peut provenir de deux causes :

— les expériences de Varley sont relatives à un fort écroissage (laminage à 75 %) et d'après nos résultats, Q décroît sensiblement avec l'écroissage pour l'aluminium commercial ;

— la présence d'une faible quantité de manganèse peut modifier considérablement Q.

Ce dernier point mérite quelque attention. D'une façon générale, les impuretés se concentrent aux joints de grains et dans les autres régions particulièrement perturbées. Il est permis de penser que le grossissement des germes relativement exempts de certaines impuretés est conditionné par la diffusion de ces impuretés dans la matrice encore écroüe. Ou encore, à une échelle plus petite, que les mouvements de dislocations, auxquels semble se résumer la recristallisation dans les idées actuelles que nous verrons plus loin, soient freinées par ces mêmes impuretés. Dans ces conditions, c'est la diffusion des impuretés qui réglerait la vitesse de recristallisation et c'est l'énergie d'activation de cette diffusion que l'on mesurerait par la méthode précédente.

Ceci n'est qu'une simple hypothèse, mais il est intéressant de noter que la valeur de Q trouvée pour Al-C est de l'ordre de 80.000 cal/mol. g, identique à celle

trouvée par Bückle (45) pour la diffusion du manganèse dans l'aluminium (79.000).

Cependant ces divergences, aussi bien sur le cuivre que sur l'aluminium, qui apparaissent clairement dans notre tableau, ont probablement des causes multiples. Ainsi Brindley (32) donne une valeur de 11.000 sur le cuivre alors que Brandsma par une méthode analogue de mesure du pouvoir thermoélectrique trouve 22.000 : dans ce cas, il n'est pas impossible que l'effet mesuré était dû à une restauration plus qu'à la recristallisation.

D. — INFLUENCE DE L'ÉCROISSAGE.

1. Influence sur la recristallisation.

D'une façon générale, la recristallisation est d'autant plus rapide que l'écroissage est plus élevé. Ce fait apparaît directement sur les courbes, mais on peut le mettre en lumière par les figures 35 et 36 relatives aux deux types d'aluminium.

Dans ces figures, on a porté le logarithme du temps de demi-recristallisation en fonction du logarithme de l'allongement pour cent. Ces coordonnées sont proposées par Avrami (8) pour interpréter les résultats de Karnop et Sachs (46) sur cuivre tréfilé. D'après Avrami, en admettant que la densité de germes préexistants D_0 soit proportionnelle à la racine carrée de l'allongement pour cent, cette représentation doit donner des droites dont la pente est (-2α) .

Nos points expérimentaux s'alignent très bien sur des droites approximativement parallèles, correspondant chacune à une température d'essai. La pente de ces droites

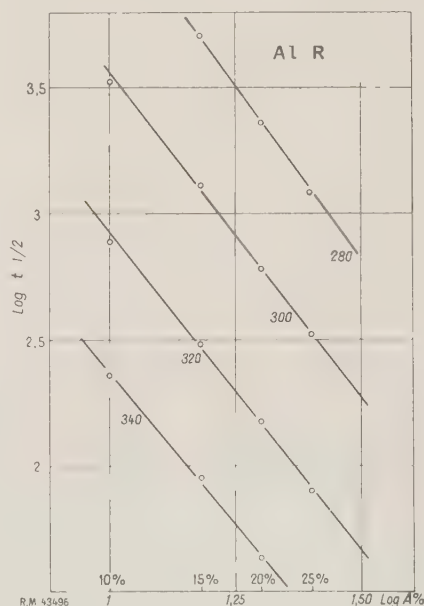


Fig. 36.

TABLEAU

Auteurs	Références	Métal	Pureté	Mode d'observation	Grain nb/mm ²	Ecrouissage
Anderson et Mehl	7	Al	99,95	micro	600	5.10.15 %
»	7	Al	99,97	micro	500	2 à 10 %
»	7	Al	99,97	micro	500	laminé
»	7	Al	99,98	micro	60	5 %
Chossat	10	Al	99,99	charge rupture	?	laminé
Varley	11	Al	99,4	charge rupture	?	laminé
Batisse	—	Al-C	99,35	dureté	380	10 à 30 %
»	—	Al-R	99,991	dureté	300	10 à 25 %
Cook et Richards	3	Cu	99,95	dureté	2000	laminé
»	3	Cu	99,95	dureté	300	laminé
Brandsma	34	Cu		thermoélectr.		laminé
Krupkowski et Balicki	2	Cu		charge rupture		étiré
Decker et Harker	33	Cu	99,98	rayons X	?	laminé
»	33	Cu	99,999	rayons X	?	laminé
Eudier	36	Laitons	de Zn = 0 à Zn = 30	thermoélectr.	2000	tréfilé
Maddijan et Blank	18	Laiton	70-30	conductibilité	50 à 10000	tréfilé 50 %
Simmons	37	Cu	impur jusqu'à Zn = 10	dureté		
»	37	Laiton	70-30	dureté	entre 300 et 1500	laminé 30 et 50 %
»	37	Laiton	avec Ni	dureté		
Stanley	35	FeSi	1 % Si	micro	500	5 à 8 %
Seymour Harker	17	FeNi	50-50	rayons X	?	laminé
»	17	FeNi	50-50	dureté	?	laminé

(*) La dernière colonne donne la proportion des droites d'Avrami qui s'incurvent.

Numéros des courbes	α	Q	Observations	(*)
8	4,5 à 7,5	52 à 64 000		0
6	4,5 à 5,5	?	Recristall. à deux dimensions.	0
1	1,7	?		0
2	3,3	62 000		0
1	1,3	?	Simple estimation.	1
3	1,3 à 1,5	51 000	Début de recristall. pour charge de rupture = 7,5 T.	0
24	0,95 à 1,35	81 à 96 000		2/3
14	1,65 à 2	47 000		0
40	1,6 à 2,4	33 000	0,04 d'oxygène, texture double, grains allongés.	4/5
8	1,5 à 1,8	22 000		1
3	0,95 à 1,3	21 600		0
1	0,9	31 300		1
4	2,1 à 3,2	29 900	OFHC deux dimensions; forte texture.	1/4
6	2,9 à 3,4	22 400		1/3
12	1,8 à 0,25	35 à 120 000	Variation dans le sens indiqué suivant la teneur en Zn.	0
6	0,7 à 1,4	40 à 45 000	Simple estimation.	
4	1,7 à 2,5	?	} Simples estimations sur expériences très incom- plètes.	
2	1	?		
6	0,5 à 1	?		
4	3,2 à 4,5	80 000	Deux dimensions.	0
5	2,3 à 3,1	56 500	} Deux dimensions; forte texture.	0
2	2,7	56 500		0

augmente très légèrement quand la température décroît (*).

Mais la pente moyenne est de l'ordre de $(-0,25)$ pour Al-R et de l'ordre de (-9) pour Al-C. Ces valeurs ne semblent donc pas pouvoir être reliées au coefficient α comme le propose Avrami. Elles montrent que la recristallisation de l'aluminium commercial est *beaucoup plus sensible* à la variation d'écroutissage que celle de l'aluminium raffiné.

2. Influence sur la grosseur du grain.

Nous avons vu que le grain recristallisé était d'autant plus gros que l'écroutissage était plus faible.

Les grosseurs de grains données au chapitre III sont dans l'ensemble plus fortes que celles de Cheigny (47) sur des tôles de puretés analogues.

Si on porte le logarithme du nombre de grains par mm^2 en fonction de l'allongement pour cent, la figure 37 montre que l'on obtient sensiblement des droites. Dans ce genre de résultats, la dispersion est très forte mais ceci est conforme aux expériences de Van Arkel (48). Eastwood, James et Bell (29) n'ont pas retrouvé cette proportionnalité.

3. Influence sur la restauration.

Les duretés correspondant au palier de restauration et qui sont bien définies pour Al-R dépendent de l'écroutissage (cf. chapitre III). Mais il est intéressant de noter que la position *relative* du palier, aussi bien pour Al-C que pour Al-R est pratiquement constante.

Si H_c et H_r sont les duretés correspondant à l'état écroui et à l'état recristallisé, la dureté relative est définie par le nombre $\frac{H - H_r}{H_c - H_r}$. La figure 38 montre la varia-

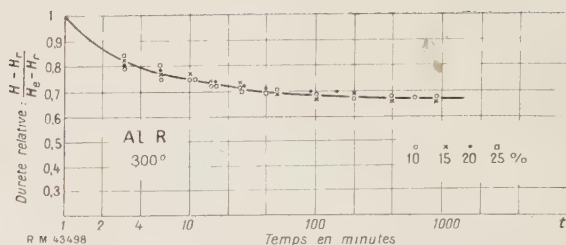


Fig. 38. — Courbe de restauration du Al-R à 300°.

tion de cette quantité au cours de la restauration pour les expériences à 300° sur Al-R. Il apparaît bien que le palier correspond à une baisse de dureté de l'ordre de 30 % de la variation totale quel que soit l'écroutissage. Ce résultat semble valable pour Al-C. Kornfeld (49) avait déjà trouvé une restauration relative constante sur des *monocristaux* d'aluminium fortement écrouis.

E. — INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE.

Cette influence n'a pas été étudiée systématiquement par nous, mais si nous comparons la recristallisation à une même température des deux aluminiums écrouis de la même quantité, il apparaît que le métal le plus pur recristallise nettement plus tôt. Ce phénomène général est bien connu et ressort en particulier des expériences de Calvet (50).

La composition chimique influe de façon complexe. Ainsi Chossat, Lacombe et Chaudron (10) ont montré que ce sont les traces *ultimes* d'impuretés qui avaient le plus d'effet sur la recristallisation. D'après ces auteurs, l'aluminium extra-pur (99,998) recristallise beaucoup plus tôt que l'aluminium simplement raffiné (99,990) et l'addition de nouvelles impuretés à ce dernier métal modifie peu sa « température de recristallisation ».

Notre Al-R correspond à cet aluminium raffiné. Cependant la recristallisation de Al-C, impur, ne se produit pas en même temps, mais notablement plus tard. Ce retard, conforme aux résultats de Trillat et Paic (51), peut être dû à l'influence spécifique de certaines impuretés. Chossat (10) a montré l'action du fer à ce sujet. Le manganèse joue peut-être aussi un rôle. Et bien que nous n'ayons pu la mettre en évidence, une adsorption de nitrure peut peut-être gêner ultérieurement les déplacements des joints de grains.

Par ailleurs, Voce (52) et Eastwood, James et Bell (29) ont montré l'importance de l'hétérogénéité chimique introduite par certaines impuretés. La présence d'une seconde phase, comme dans Al-C, ou l'entrée en solution solide d'un constituant, peut modifier complètement les conditions d'écroutissage et de recristallisation (cf. l'existence possible d'un durcissement dans les premières phases du recuit de Al-C indiquée dans les expériences de restauration). Nous avons suggéré plus haut le rôle de cette hétérogénéité dans la variation de N au

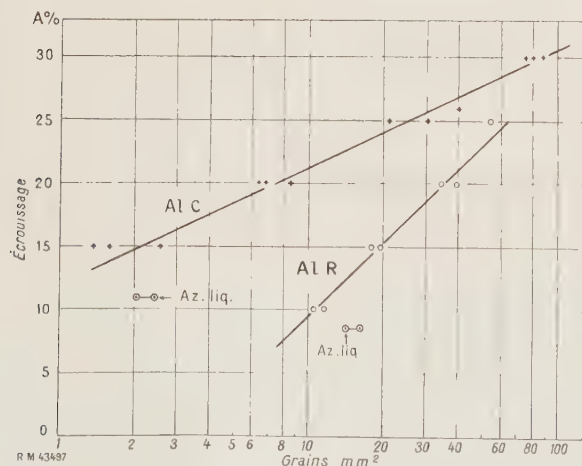


Fig. 37.

(*) Si on portait en abscisses l'allongement pour cent au lieu de son logarithme, comme le font Cook et Richards (3), l'aspect des droites serait à peu près conservé.

cours du recuit. Nous avons d'autre part signalé la grande différence d'influence des facteurs température et écrouissage sur la recristallisation de deux types d'aluminium (cf. les énergies d'activation).

Enfin, la dispersion plus forte des mesures sur Al-C est la marque de l'hétérogénéité de ce métal.

F. — INFLUENCE D'UNE RESTAURATION PRÉALABLE.

Cette question revêt une grande importance théorique. En effet, certains auteurs pensent que les germes se font aux points de haute énergie du réseau déformé et que d'autres, au contraire, sont partisans d'une germination aux points de faible énergie. Il paraît logique d'admettre que la restauration a une action plus importante et plus rapide sur les points de haute énergie. Si une restauration préalable retarde la recristallisation subséquente, ce sera un argument solide en faveur de la première théorie, car on pourra dire que le nombre de germes a été diminué par la restauration des régions de forte énergie. Si au contraire la restauration préalable avance la recristallisation, la seconde théorie sera confirmée : elle implique en effet une certaine préparation des germes aux points de faible énergie qui aura déjà été faite au cours de cette restauration.

Malheureusement, l'expérience n'a jamais pu trancher entre ces deux hypothèses. Les auteurs s'accordent en général à reconnaître que la vitesse de grossissement G n'est pas modifiée par la restauration préalable (7), (53). Mais les mesures sur N sont contradictoires. Kornfeld et ses collaborateurs ont trouvé sur l'aluminium une décroissance de N pour les polycristaux (54), (53) et au contraire une croissance pour les monocristaux (55). Stanley et Mehl (56) ont trouvé aussi cette décroissance de N par restauration préalable, mais Stanley n'a pas pu le confirmer dans des expériences ultérieures (35) où il a au contraire trouvé une croissance de N .

Par ailleurs, Anderson et Mehl (7) n'ont trouvé aucune modification sur N dans l'aluminium pur, conformément aux expériences de Eastwood, James et Bell (29). Brindley (32) dans ses expériences par thermoelectricité sur le cuivre n'a trouvé aucune différence entre des fils chauffés directement à une certaine température et des fils maintenus le même temps à cette température après toute une série de chauffages préalables à des températures plus basses.

Dans ces conditions, il n'est pas surprenant que nous n'ayons pu mettre en évidence une influence notable de la restauration préalable sur la recristallisation, aussi bien sur Al-C que sur Al-R. La méthode de mesure indirecte que nous employons n'est peut-être pas assez sensible pour de telles expériences. Mais les éprouvettes fortement restaurées à une température assez voisine de la température de recristallisation des figures 22 et 23 se comportent tout à fait comme les éprouvettes non restaurées, et une telle coïncidence ne peut se concilier avec une influence importante de la restauration sur N . Il nous paraît probable que cette influence, dans quelque sens qu'elle

s'exerce, est largement masquée par les hétérogénéités d'écrouissage et de composition chimique. Il est également possible que la forme de la courbe $N(t)$ dont nous avons parlé soit modifiée par la restauration préalable, mais la variation du coefficient α qui en résulterait n'est pas décelable à la précision de nos mesures.

Par contre, la figure 21 sur Al-C écroui de 20 % semblerait indiquer une recristallisation plus précoce des éprouvettes restaurées, et dans la figure 22 où nous avons comparé les courbes par correspondance horizontale, tout se passe comme si la restauration préalable avait préparé la recristallisation. Mais ces expériences ne sont ni assez précises, ni assez générales pour apporter un argument décisif à la seconde théorie à laquelle elles sont favorables.

Enfin, nous avons mesuré la grosseur du grain recristallisé des divers échantillons, mais nous n'avons pas décelé de variations significatives (cf. (53)).

En résumé, dans nos essais, l'influence globale de la restauration préalable est peu appréciable et ne permet pas de choisir entre les deux théories à cause de son faible rôle devant celui des hétérogénéités d'écrouissage et de composition.

G. — INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE DÉFORMATION.

De nos expériences sur cette question, il faut retenir les conclusions suivantes :

a) pour un même durcissement, les éprouvettes déformées dans l'azote liquide recristallisent beaucoup plus tard que les éprouvettes déformées à l'ambiante;

b) pour une même déformation, les éprouvettes écrouies dans l'azote liquide recristallisent plus tôt que les éprouvettes déformées à l'ambiante.

Ces résultats sont valables pour les deux sortes de métal, mais particulièrement nets pour Al-C qui est plus sensible aux variations d'écrouissage.

Des résultats de nature voisine ont déjà été donnés pour les températures de déformation élevées (450° à 650°) par Karnop et Sachs (57) sur l'aluminium. Ces expériences montrent en particulier que, à déformation constante, la « température de recristallisation » croît avec la température de déformation, ce qui est conforme à la conclusion b).

Sur la figure 33, la droite pointillée est relative à nos expériences sur Al-C déformé dans l'azote liquide de 11 %. La difficulté d'obtenir un écrouissage identique sur les éprouvettes successives est à l'origine de la dispersion. Pour porter les points, on a choisi la même dureté de « demi-recristallisation » (26,2) que pour les éprouvettes déformées de 20 % à l'ambiante. L'énergie d'activation, qui peut être estimée à 95.000 cal/mol. g serait un peu plus élevée que dans l'écrouissage à l'ambiante.

L'interprétation de ces expériences paraît difficile, mais on peut envisager un certain nombre de points :

a) l'écrouissage à basse température fait intervenir un nombre restreint de plans de glissements et peut être ainsi beaucoup plus hétérogène que l'écrouissage à l'ambiante, pourtant un tel phénomène n'apparaît pas pour

les métaux cubiques à faces centrées (64). Et d'ailleurs Burgers et Ploos van Amstel (58) ont montré sur monocristal d'aluminium que la recristallisation était plus facile quand on faisait agir un seul système de plans de glissement au lieu de deux;

b) par contre, la densité des plans de glissement dépend de la température dans les cubiques à faces centrées, et on peut envisager que cette densité étant plus faible dans l'azote liquide, il en résulte des distorsions locales plus fortes donc une plus grande hétérogénéité de l'écroutissage pour une même déformation d'ensemble;

c) on peut penser qu'une restauration se produit entre la déformation à basse température et l'ambiante. Mais une telle restauration devrait se poursuivre au cours du temps. Or, la dureté après retour à l'ambiante demeure inchangée pendant plusieurs mois. D'autre part, le temps de maintien à l'ambiante n'a aucune influence sur la recristallisation ultérieure. Enfin, et surtout, la restauration n'ayant guère d'influence en général, rien ne permet de lui attribuer ici un tel rôle retardateur sur la recristallisation;

d) il a été montré (84) que le doublet $K\alpha$ des anneaux Debye Scherrer de l'aluminium était confondu à basse température. Nous avons nous-même constaté que ce doublet n'était pas confondu à l'ambiante pour Al-C déformé de 11 % dans l'azote liquide et ne présentait aucune différence avec le doublet de Al-C déformé de 20 % à température ordinaire. Il ne semble pas que ce phénomène puisse être attribué à une restauration entre les deux températures, car il ne dépend pas du temps. Nous pensons plutôt qu'il est dû à une modification de l'hétérogénéité élastique : le module d'élasticité de l'aluminium varie peu avec la direction à l'ambiante, mais son anisotropie s'accroît quand la température baisse et celle-ci provoque lors de l'écroutissage des contraintes internes (tensions de Heyn) qui peuvent augmenter les distorsions;

e) nos expériences montrant clairement que ce n'est ni la déformation seule, ni le durcissement seul qui déterminent la germination, on peut se demander alors quel est le facteur déterminant. Crussard (26) a proposé à cet égard l'énergie de déformation définie par l'aire de la courbe d'écroutissage, c'est-à-dire fonction du produit des deux termes précédents (*). Nous avons mesuré par pesée la surface des courbes de traction et trouvé que

(*) Il a d'ailleurs indiqué que le meilleur critère serait non pas l'énergie dépensée (aire de la courbe), mais l'énergie emmagasinée

les éprouvettes écrouies dans l'air liquide avaient une énergie de déformation légèrement inférieure à celles qui avaient même dureté par écroutissage à l'ambiante (21,5 mg au lieu de 23,7 mg). Cette différence est en faveur de l'idée de Crussard puisqu'à la plus forte énergie doit correspondre la recristallisation la plus rapide. Mais elle est trop faible pour être satisfaisante.

A défaut d'un meilleur critère, nous pouvons adopter l'énergie de déformation comme facteur expérimental déterminant de la recristallisation. Nous pouvons théoriquement décomposer cette énergie en une énergie de changement de volume et une énergie de changement de forme ou de distorsion. Il est possible que l'énergie de distorsion intervienne seule et soit le véritable critère physique du pouvoir de germination.

La différence entre l'énergie de distorsion pour une même déformation à deux températures différentes a des causes encore mal expliquées. On peut se reporter à la variation de densité des plans de glissement (point b/) ou à l'anisotropie du module (point d/). Le plus souvent, on explique ces différences sur la base des théories de la plasticité. Le nombre de dislocations produites étant le même pour une déformation donnée quelle que soit la température, on peut admettre que, par neutralisation ou migration, il disparaît un plus grand nombre de ces dislocations quand la température est plus élevée, ce qui conduit à un durcissement plus faible.

Il faut noter que les résultats que nous discutons ici s'apparentent à certaines expériences bien connues. Ainsi, de nombreux auteurs et particulièrement Czochralski (59) et Beck (60) ont montré que la recristallisation est très difficile dans un cristal que l'on a fléchi, puis redressé bien que l'écroutissage soit pratiquement deux fois plus fort que dans le même cristal simplement fléchi. Ceci montre que le durcissement ne suffit pas à déterminer le pouvoir de recristallisation. D'autre part, le fait que la déformation seule est également insuffisante ressort de l'influence de la grosseur du grain, de la température de déformation (expériences de Karnop et Sachs déjà citées), de la vitesse de déformation (Hanemann et Vogel (61)).

Sur la figure 37 sont indiquées les grosseurs de grain après recristallisation de Al-C et de Al-R déformée dans l'azote liquide de 11 % et de 8,5 %. Ces résultats confirment que la germination n'est déterminée ni par le durcissement ni par la déformation.

par le métal. Ceci est évident du point de vue thermo-dynamique, mais ce dernier terme n'est pas mesurable.

VI. — CONSIDÉRATIONS THÉORIQUES

Il ne saurait être question ici d'entrer dans le détail des théories physiques de la recristallisation. Nous nous bornerons donc :

- A rappeler brièvement l'essentiel de ces théories;
- A indiquer comment les récentes suggestions qui ont été faites expliquent le phénomène clef de germination et comment nos résultats peuvent être interprétés sur ces bases;

- A tenter de préciser d'après ces idées nouvelles l'ensemble des phénomènes du recuit et les liens qui les réunissent.

Nous avons vu que deux écoles se sont longtemps opposées à ce propos : d'une part celle qui prétendait que les germes se formaient aux points de plus haute énergie du réseau déformé et, d'autre part, celle qui

soutenait au contraire que ces germes naissaient dans les régions de plus faible énergie.

Les arguments ont été pesés soigneusement par Burgers [cf. (1) § 109] mais aucune conclusion nette ne peut être tirée, si ce n'est que ni l'une, ni l'autre des deux théories n'est suffisante.

On a donc tenté de combiner les avantages des deux hypothèses tout en supprimant leurs inconvénients. Van Arkel (65) eut l'idée que, pour devenir actifs, les points de haute énergie devaient d'abord se transformer spontanément en fragments de réseau relativement exempts de distorsions, donc à basse énergie.

Au cours de ces dernières années, un certain nombre d'auteurs ont mis en évidence un phénomène nouveau, la « polygonisation ». Depuis longtemps déjà, on avait constaté une fragmentation des taches d'astérisme des gros cristaux au début du recuit. Crussard (26) avait ainsi décelé une « recristallisation in situ ». Cahn (67) a révélé cette fragmentation sur le zinc et Guinier et Lacombe (68) ont clairement montré que le phénomène était général et correspondait à la formation des « sous-grains » de Lacombe et Beaujard (69).

Cahn (70) eut alors l'idée que certains « de ces blocs » pouvaient servir de germes de recristallisation. Au cours de la polygonisation, en effet, des régions de haute énergie se transforment en blocs de basse énergie et on peut voir là le maillon nécessaire pour réconcilier les deux anciennes théories. Cette idée a été également proposée par Beck (71) et elle donne une base physique à la germination dans les courbures locales de Burgers.

Pour préciser ce processus de germination, il faut admettre que la polygonisation se produit plus rapidement en certains points et que ces points sont des régions de plus haute énergie. Cahn (70) suppose précisément que le temps nécessaire pour que la polygonisation d'une courbure locale donne un germe *actif* est d'autant plus court que le rayon de courbure est plus petit.

La notion de germe n'a d'ailleurs pas été précisée davantage dans ce sens. On doit cependant noter une intéressante hypothèse de Petersen (72). Cet auteur pense que des déplacements atomiques restreints amèneraient une rotation de certains fragments cristallins au cours du recuit. Ceci se produirait, car un tel processus amène une diminution de l'énergie élastique. Et de tels germes pourraient grossir parce que l'énergie élastique diminuerait encore au cours du grossissement.

L'hypothèse de Cahn nous paraît très séduisante et il convient de rechercher si elle peut être confirmée par certains de nos résultats.

En admettant que la vitesse de polygonisation est inversement proportionnelle au rayon de courbure du réseau déformé, Cahn (70) a réussi à retrouver la forme de la courbe de la figure 36. Nous avons expliqué cette forme de courbe par l'influence de l'hétérogénéité d'écrouissage et de composition sur les conditions de germination. Ces conditions sont maintenant précisées et dépendent bien de l'hétérogénéité d'écrouissage dans le calcul de Cahn.

Par ailleurs, le fait que nous n'ayons jamais constaté

un effet retardateur de la restauration sur la recristallisation subséquente, est un point en faveur de la théorie. Un chauffage préalable ne peut, en effet, qu'avancer la polygonisation nécessaire à la formation des germes. Une telle accélération de la recristallisation n'a pas été obtenue (sauf peut-être dans les courbes 24), mais les expériences sur la polygonisation montrant qu'elle n'apparaît qu'à des températures assez élevées, on peut penser que nos chauffages de restauration étaient trop bas pour que le phénomène se produise.

Enfin, il est intéressant de rapprocher du retard à la recristallisation de notre aluminium déformé dans l'azote liquide, le retard à la polygonisation constaté par Cahn (67) sur du zinc déformé à cette température. Il y a là un parallélisme frappant dans ces expériences qui ne peut guère s'expliquer que si les deux phénomènes sont de même nature.

Nous avons tenté de mettre en évidence la polygonisation au cours de nos recuits. Nous avons dit que ceci n'avait pas été possible, — ou du moins concluant —, même pour des échantillons écrouis de 5 % et maintenus très longtemps à 370° (fig. 12). Le phénomène ne peut être vu que sur des cristaux assez gros. Dans ce but, nous avons préparé des éprouvettes monocristallines d'aluminium commercial par écrouissage critique. Nous avons constaté en particulier par rayons X :

- Que des éprouvettes comportant trois ou quatre cristaux, allongées de 5 % et recuites à 500°, présentaient dans certains cas une polygonisation, et qu'un recuit ultérieur à 550° donnait toujours une recristallisation;
- Que certains cristaux insulaires refusant de se dissoudre dans les gros cristaux obtenus étaient polygonisés;
- Que l'écrouissage critique pouvait conduire à une structure à cristaux grossiers tous polygonisés et non à des monocristaux recristallisés (en partant d'un métal à gros grain).

Ces expériences montrent bien la liaison étroite des deux phénomènes, dans le cas de notre AIC tout au moins.

On peut alors se demander quelle est la différence essentielle entre les deux phénomènes. Il nous semble que la recristallisation n'est que le grossissement rapide de certains blocs polygonisés privilégiés, de même que la recristallisation secondaire est un grossissement rapide de certains grains.

Nous pouvons alors décrire les étapes successives du recuit d'un métal déformé. Nous supposons que la déformation est macroscopiquement homogène et n'introduit pas de contraintes élastiques « de première espèce ». (Ces contraintes proviennent en torsion ou en flexion de ce que les couches externes sont déformées plastiquement, alors que les couches internes sont seulement déformées élastiquement). Il se produit d'abord une *restauration* qui comprend :

- a) Une *relaxation intergranulaire* sous l'action des contraintes « de deuxième espèce » ou tension de Heyn, résultant de l'anisotropie cristalline : deux cristaux conti-

gus orientés différemment étant déformés d'une même quantité à cause de la continuité de la matière, le cristal qui s'est déformé le plus facilement est soumis à des tensions provenant de son voisin. Ces contraintes s'annulent par déplacements d'atomes dans les zones frontalières au cours des premiers stades du recuit par un phénomène de relaxation intercrystalline. Ce phénomène a probablement un effet très important et serait, à notre avis, responsable de la majeure partie de la baisse de dureté par restauration, de la régénération de la maille cristalline et de la diminution de la largeur des raies Debye-Scherrer.

b) Une *annihilation de dislocations* de signes opposés à l'intérieur des cristaux par agitation thermique;

c) Une *redistribution des dislocations* à l'intérieur des cristaux sous l'action des contraintes intracrystallines « de troisième espèce ». Cette redistribution se ferait progressivement et correspond à la *polygonisation*, du moins dans son stade final;

d) Une *hétérogénéisation chimique* au cours de laquelle les atomes étrangers se déplaceraient vers les lignes de dislocations (Cottrell (44)).

Ainsi, la restauration ne serait pas un phénomène simple, mais la succession (et la superposition) de quatre processus distincts. La forme de nos courbes au début du recuit sur Al-C et sur Al-R semble indiquer un phénomène complexe. Dans des essais de traction sur aluminium après divers traitements, Cherian, Pietrokosky et Dorn (75) ont distingué une « méta-restauration » limitée dans le temps et une « orthorestauration » se prolongeant au cours du temps. A notre avis, la méta-restauration n'est autre que la relaxation intercrystalline, et le second terme doit recouvrir l'ensemble des autres processus. L'explication de la restauration donnée ci-dessus ne repose que sur les phénomènes élastiques et plastiques. Elle permet d'interpréter un grand nombre de points tels que les changements de propriétés, l'amincissement des raies, la liaison avec le fluage, la formation des germes. Le fait que les monocristaux se restaurent plus complètement que les polycristaux résulte de ce que le nombre de germes y est plus restreint (moins de courbures locales) et que la polygonisation peut s'y poursuivre sans être limitée par les joints. Cependant, deux points importants ne peuvent être expliqués par cette théorie. D'une part, la restauration semble liée à la structure électronique et est plus particulièrement marquée pour les métaux de transition [cf. Wilson et Thomassen (76)]. D'autre part, les diverses propriétés se restaurent dans certains cas à des époques différentes du recuit (cf. Tammann (77)). Les propriétés électriques se comportent en général différemment des propriétés mécaniques et ce second point se ramène probablement au premier. Il y aurait là une manifestation de la différence fondamentale entre les phénomènes plastiques liés à des différences de dislocations de signes

contraires et les phénomènes électriques, fonctions de la somme des perturbations de toutes espèces.

Après la restauration, alors que la polygonisation est effectuée dans les courbures locales et suit son cours par ailleurs, apparaît la recristallisation. Il résulte de ce que nous avons dit qu'il n'y a qu'une différence d'échelle et de vitesse entre polygonisation et recristallisation. Des études récentes de Averbach (80) par rayons X et de Ting Sui Ke (81) par amortissement interne confirment cette idée. Le terme « recristallisation » est d'ailleurs impropre, car il n'y a pas *création* de nouveaux cristaux, mais simplement grossissement de germes *préformés* constitués par des fragments de l'ancienne matrice : la recristallisation ne serait qu'une polygonisation plus complète. Pratiquement, il semble préférable de continuer à placer ce dernier phénomène difficile à observer dans le concept de « restauration » et à en séparer la recristallisation physiquement voisine, mais d'intérêt chimique très différent.

La question de savoir pourquoi certains blocs polygonisés vont devenir des germes actifs demeure assez obscure et l'hypothèse de Petersen pourrait être retenue dans ce sens que des conditions d'énergie élastique sont peut-être nécessaires.

Nous pensons en tout cas que ces germes actifs doivent être des fragments à énergie particulièrement basse pour pouvoir absorber rapidement la matrice qui les entoure. Mais ces germes et ces nouveaux grains ne sont pas parfaits. Ils rencontrent en effet des obstacles et, en particulier, d'autres grains : les conditions de surface à énergie minimum ne peuvent donc être remplies.

De plus, les premiers grains recristallisés doivent être particulièrement déformés par les contraintes internes qu'ils subissent et par les contraintes d'interaction des grains qui se forment près d'eux. (Il se produit au cours de la recristallisation une modification permanente de l'équilibre élastique qui est à l'origine de ces contraintes). Cahn (67) a ainsi constaté que des grains de cuivre et de magnésium étaient suffisamment écrouis au cours de la recristallisation pour pouvoir ensuite polygoniser.

Nous pensons alors que de tels grains recristallisés, puis déformés par le grossissement de leurs voisins, seraient susceptibles de servir de germes pour la recristallisation secondaire. Rathenau et Custers (83) pensent au contraire que les cristaux secondaires sont des primaires qui recristallisent plus tard, parce qu'ils ont été moins déformés et sont ainsi plus gros et plus parfaits. Mais un tel phénomène serait progressif et conduirait à l'apparition de secondaires de toutes tailles à toutes températures.

Des expériences sont évidemment nécessaires pour confirmer ces hypothèses qui permettent de saisir assez bien l'ensemble des phénomènes de recuit dans le cadre des connaissances actuelles sur la déformation plastique.

VI. — CONCLUSIONS

Nos expériences ont été effectuées sur deux tôles d'aluminium exempt de texture, l'un de pureté commerciale (Al-C : 99,4), l'autre raffiné (Al-R : 99,99), par me-

sure de la variation de dureté sous forte charge d'échantillons écrouis par traction. Elles nous ont permis de dégager les principaux points suivants :

a) Les courbes de recuit isotherme obtenues présentent un aspect caractéristique : la restauration provoque d'abord une baisse légère de la dureté, terminée asymptotiquement par une sorte de palier et suivie par une chute rapide due à la recristallisation, qui s'arrête quand ce dernier phénomène est achevé. La dispersion est plus forte pour Al-C mais la reproductibilité des expériences est bonne. La forme des courbes obtenues se retrouve sur d'autres métaux ;

b) Il est confirmé que la recristallisation se produit d'autant plus tôt que l'écroutissage est plus fort, la température plus élevée, la pureté plus grande et le grain initial plus gros. Le grain obtenu est d'autant plus fin que l'écroutissage est plus fort. On peut définir une énergie d'activation du phénomène : elle est très élevée et varie de 81.000 à 96.000 cal/mol. g quand l'écroutissage décroît pour Al-C ; elle est pratiquement constante et égale à 47.000 cal/mol. g pour Al-R. Cette différence de comportement se retrouve dans l'influence de l'écroutissage qui est beaucoup plus marquée pour Al-C.

c) Afin de rechercher l'influence d'une restauration préalable sur la recristallisation subséquente, des recuits ont été effectués sur des éprouvettes ayant subi des traitements de restauration de plus ou moins longue durée. Ces restaurations préalables n'ont pas modifié sensiblement la recristallisation ultérieure, qui en aucun cas n'a été retardée.

d) L'influence de la température à laquelle est effec-

tué la déformation a été étudiée sur des éprouvettes écrouties dans l'azote liquide. Il a été reconnu que, à durcissement égal, la déformation dans l'azote liquide retardait considérablement la recristallisation et que, à déformation égale, ce phénomène était avancé. L'importance théorique de ces résultats a été discutée ;

e) La détermination par rayons X des points correspondant au début et à la fin de la recristallisation isotherme a permis de tracer les courbes de transformation et d'effectuer l'étude cinétique des résultats. Cette étude jointe à l'ensemble des expériences antérieures, a permis un examen critique des diverses théories cinétiques jusqu'ici proposées par Krupkowski et Balicki, Cook et Richards, Johnson et Mehl et Avrami. Il a été montré qu'une équation générale, donnée par Avrami, correspondait convenablement à l'ensemble des résultats connus rassemblés en un tableau. Il en a été conclu que la théorie d'Avrami était suffisamment générale pour interpréter la majorité de ces résultats, mais que les méthodes de calcul de Mehl et ses collaborateurs se prêtaient mieux aux vérifications expérimentales.

f) L'importance particulière de la variation de la vitesse de germination N au cours de la transformation a été mise en évidence, et l'allure de cette variation a été expliquée par les hétérogénéités d'écroutissage et de composition chimique.

g) Ces résultats expérimentaux sont à confronter avec les récentes théories de la germination.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) BÜRGERS. — *Handbuch der Metall-Physik*, **3**, 2^e partie, Becker et Erler, Leipzig (1941).
- (2) KRUPKOWSKI et BALICKI. — *Rev. Métall.*, **36** (1939), 21, et *Ann. Acad. Sci. Tech.*, Varsovie, **4** (1937), 270.
- (3) COOK et RICHARDS. — *J. Inst. Metals*, **73** (1946), 1.
- (4) JOHNSON et MEHL. — *Metals Technology*, **6** (1939), 1.089.
- (5) CANAC. — *C. R. Acad. Sci.*, Paris, **196** (1933), 51.
- (6) EVANS. — *Trans. Faraday Soc.*, **41** (1945), 365.
- (7) ANDERSON et MEHL. — *Metals Technology*, **12** (1945), 1.805.
- (8) AVRAMI. — *J. Chem. Physics*, **7** (1939), 1.103, et **8** (1940), 212.
- (9) TAMMANN. — *Z. anorg. Chem.*, **214** (1933), 407.
- (10) CHOSSAT, LACOMBE et CHAUDRON. — *C. R. Acad. Sci.*, Paris, **227** (1948), 432 et 593.
CHOSSAT. — *Rev. Métall.*, **47** (1950), 167, 306, 343.
- (11) VARLEY. — *J. Inst. Metals* (déc. 1948), 185.
- (12) CAHN. — *Proc. Phys. Soc.*, **63** (1950), 323.
- (13) LUDWICK. — *Elemente Technologischer Mechanik*, Berlin 199.
- (14) GENSAMER. — *Transactions A.S.M.*, **36** (1946), 30.
- (15) OWEN, LIU et MORRIS. — *Phil. Mag.*, **39** (1948), 831.
- (16) HOMÈS. — *Bull. Classe des Sciences, Acad. Roy. Belg.*, **24** (1938), 147.
- (17) SEYMOUR et HARKER. — *J. Metals* (août 1950), 1.001.
- (18) MADDIGAN et BLANK. — *Metals Technol.* (fév. 1940), 1.166.
- (19) GUINIER et LE ROUX. — *Rev. Métall.*, **47** (1950), 149.
- (20) LACOMBE et BEAUJARD. — *Rev. Métall.*, **44** (1947), 71.
- (21) THORLEY. — *J. Inst. Metals* (avril 1950), 141.
- (22) DIX Jr. — *Physical Metallurgy of Al Alloys, A.S.M.* (1949), 210.
- (23) POMP et NIEBCH. — *Z. Metallkunde*, **35** (1943), 111.
- (24) RICKETT et MACKENZIE. — *J. Metals*, **1** (1949), 242.

- (25) TAMMANN. — *Z. Metallkunde*, **26** (1934), 97.
- (26) CRUSSARD. — *Rev. Métall.*, **41** (1944), 111 et 133.
- (27) CHAUDRON. — *Rev. Métall.*, **47** (1950), 98.
- (28) KORNFELD et SAWIZKI. — *Phys. Zeits. Sowjetunion*, **8** (1935), 528.
- (29) EASTWOOD, JAMES et BELL. — *Transactions AIME*, **133** (1939), 446.
- (30) AUSTIN, LUINI et LINDSAY. — *Transactions ASM*, **35** (1945), 446.
- (31) VARLEY. — *J. Inst. Metals* (août 1949), 1.034.
- (32) BRINDLEY. — Report of Conf. Strength of Solids, Bristol (1947), 95.
- (33) DECKER et HARKER. — *J. Metals* (juin 1950), 887.
- (34) BRANDSMA. — *Z. Phys.*, **48** (1928), 703.
- (35) STANLEY. — *Metals Technology*, **12** (1945), 1.840.
- (36) P. LAURENT et M. EUDIER. — *Rev. Métall.*, XLVIII, n° 12 (1951), 969.
- (37) SIMMONS. — *Transactions ASM*, **41** (1949), 1.440.
- (38) COOK et RICHARDS. — *J. Inst. Metals* (août 1947), 705.
- (39) LAURENT, EUDIER et BATISSE. — *Rev. Métall.*, **46** (1949), 446.
- (40) LAURENT et BATISSE. — *J. Metals* (août 1950), 1.068.
- (41) POTTER, LUKENS et HUBER. — *J. Metals* (juillet 1949).
- (42) LAURENT. — *Rev. Métall.*, **42** (1945), 21.
- (43) VAN LIEMPT. — *Z. anorg. allg. Chem.*, **195** (1931), 366.
- (44) COTTRELL. — Report of Conf. Strength of Solids, Bristol (1947), 30.
- (45) BÜCKLE. — *Z. Electrochem.*, **49** (1948), 238.
- (46) KARNOP et SACHS. — *Zeit. Physik*, **60** (1930), 464.
- (47) CHEVIGNY. — *Rev. Aluminium*, **23** (1946), 153.
- (48) VAN ARKEL. — *Polytechn. Weekbl.*, **26** (1932), 397.
- (49) KORNFELD. — *Physik Z. Sowjetunion*, **6** (1934), 329, et **7** (1935), 608.
- (50) CALVET. — *C. R. Acad. Sci., Paris*, **200** (1935), 66.
- (51) TRILLAT et PAIC. — *C. R. Acad. Sci., Paris*, **200** (1935), 1.037.
- (52) VOCE. — *J. Inst. Metals*, **67** (1941), 1.
- (53) KORNFELD et PAWLOW. — *Phys. Zeits. Sowjetunion*, **6** (1934), 537.
- (54) KORNFELD. — *Phys. Zeits. Sowjetunion*, **7** (1935), 432.
- (55) KORNFELD et SCHAMARIN. — *Phys. Sowjetunion*, **11** (1937), 302.
- (56) STANLEY et MEHL. — *Transactions AIME*, **150** (1942), 260.
- (57) KARNOP et SACHS. — *Z. Physik*, **42** (1927), 283.
- (58) BÜRGERS et PLOOS VAN AMSTEL. — *Z. Physik*, **81** (1933), 43.
- (59) CZOCHRALSKI. — *Z. Metallkunde*, **17** (1925), 1.
- (60) BECK. — *Transactions AIME* (1937), 351.
- (61) HANEMANN et VOGEL. — *R. Hauszeitschr. Aluminium*, **4** (1932), 3.
- (62) COLLINS et MATHEWSON. — *Transactions AIME*, **137** (1940), 150.
- (63) HOWELL et PAUL. — *Metals and Alloys*, **5** (1934), 176.
- (64) SCHMID et BOAS. — *Kristallplastizität* (Springer, Berlin, 1936).
- (65) VAN ARKEL. — *Zeit. Metallkde.*, **22** (1930), 217.
- (66) BURGERS. — *Proc. Roy. Acad. Sci., Amsterdam*, **50** (1947), 452.
- (67) CAHN. — Report Conf. Strength Solids, Bristol (1947), 136 et *J. Inst. Metals*, **76** (1949), 121.
- (68) GUINIER et LACOMBE. — *Mét. et Corr.*, **23** (1948), 212.
- (69) LACOMBE et BEAUJARD. — *J. Inst. Metals*, **74** (1947), 1.
- (70) CAHN. — *Proc. Phys. Soc.*, **63** (1950), 323.
- (71) BECK. — *J. Appl. Phys.*, **20** (1949), 633.
- (72) PETERSEN. — *Metallforschung*, **2** (1947), 289.
- (73) LÜCKE et MASING. — *Z. Metallkde.*, **2** (1948), 291.
- (74) DUNN. — *Metals Tech.*, **13** (août 1946), T.P. 1.991.
- (75) CHERIAN, PIETROKOWSKY et DORN. — *J. Metals* (décembre 1949), 948.
- (76) WILSON et THOMASSEN. — *Transactions A.S.M.*, **22** (1934), 769.
- (77) TAMMAN. — *Z. Metallkde.*, **28** (1936), 6.
- (78) LAURENT. — *Rev. Métall.*, **47** (1950).
- (79) TURNBULL. — *Transactions AIME*, **175** (1948), 774.
- (80) AUERBACH. — *J. Metals* (août 1949), T.P. 2.636.
- (81) TING SUI KE. — *J. Metals* (mars 1950), 575.
- (82) FRENKEL. — *Kinetic Theory of Liquids*.
- (83) RATHENAU et CUSTERS. — *Philips Res. Rep.*, **4** (1949), 241.
- (84) PATERSON et OROWAN. — *Nature* (London), **162** (1948) 991.



DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté
INFLUENCE DES BASSES TEMPÉRATURES
SUR QUELQUES FONTES AUSTENITIQUES

Vu

et PERMIS D'IMPRIMER

Le Recteur de l'Académie de Paris,

JEAN SARRAILH

Vu et approuvé :

Paris, le 13 Janvier 1951

*Pour le Doyen de la Faculté des Sciences,
L'Assesseur,*

ROBERT-LÉVY

